

DIFFUSE RÖNTGENSTREUUNG AN
NEUTRONEN - BESTRAHITEM
SILIZIUM

VON

W. K. MAYER

JANUAR
1981



LUDWIG-MAXIMILIANS-UNIVERSITÄT
MÜNCHEN
FAKULTÄT FÜR PHYSIK



Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41549025_0078

DIFFUSE RÖNTGENSTREUUNG AN NEUTRONEN-BESTRAHLTEM SILIZIUM

DISSERTATION DER FAKULTÄT FÜR PHYSIK
DER LUDWIG-MAXIMILIANS-UNIVERSITÄT MÜNCHEN

VORGELEGT VON

WERNER KONRAD MAYER
AUS PRIEN/CHIEMSEE

München, den 19. Januar 1981

HIER UND JETZT UND MÖGLICHST TOTAL

1. Gutachter: Herr Prof. J. Peisl
2. Gutachter: Herr Prof. R. Sizmann

Tag der mündlichen Prüfung: .16.03.81



DISSERTATIONS - UND FOTODRUCK FRANK GmbH
8000 München 2, Gabelsbergerstraße 15, Tel. 2809090

ZUSAMMENFASSUNG

Reinstsilizium wurde im Forschungsreaktor München (FRM) bei ca. 70°C mit Neutronendosen von 2.5×10^{18} bis $3.2 \times 10^{19} \text{ n/cm}^2$ ($E > 0.1 \text{ MeV}$) bestrahlt, und anschließend wurde die diffuse Röntgenstreuung gemessen.

Die Volumenänderung pro Defekt konnte für das Zwischengitteratom und die Leerstelle zu jeweils $Q_I = 11 \text{ \AA}^3$ und $Q_V = -10 \text{ \AA}^3$ bestimmt werden. Daraus erhält man den Umrechnungsfaktor zwischen Gitterkonstantenänderung $\Delta a/a$ und Defektkonzentration pro Atom c zu: $c = 55 \Delta a/a$.

Nach Bestrahlung liegen die Leerstellen in kleinen Agglomeraten vor (Doppelleerstelle und Viererleerstelle), während das Zwischengitteratom größere Agglomerate bildet. Ab einer Dosis von ca. $5 \cdot 10^{18} \text{ n/cm}^2$ bleibt die Anzahl der Zwischengitteratom-Agglomerate konstant, während die Größe mit der Bestrahlungsdosis wächst ($z_I = 6$ für $D = 2.5 \times 10^{18} \text{ n/cm}^2$, $z_I = 18$ für $D = 2.5 \times 10^{19} \text{ n/cm}^2$).

Die Ausheilung der Defekte erfolgt in zwei Stufen bei 200°C und 600°C . In der 200°C -Stufe werden die Doppelleerstellen beweglich und rekombinieren an Zwischengitteratom-Agglomeraten, deren mittlere Größe sich nicht ändert. In der 600°C -Stufe kollabieren die Zwischengitteratom-Agglomerate zu Versetzungsringen, Zwischengitteratome dampfen ab, und neben einer Rekombination mit Leerstellen beobachtet man ein starkes Wachstum der Zwischengitteratom-Versetzungsringe. Durch Messungen an Bor-dotiertem Silizium ($c_B = 5 \cdot 10^{-4}$) wurde der Einfluß von Zwischengitteratom-Traps untersucht. Durch Bor wird der aufweitende Defekt eingefangen, und damit das Zwischengitteratom als aufweitender Defekt bestätigt.

INHALTSVERZEICHNIS

	Seite
1. EINLEITUNG	1
2. THEORIE	2
2.1. Defekterzeugung durch Bestrahlung	2
2.1.1. Elektronenbestrahlung	3
2.1.2. Neutronenbestrahlung	4
2.2. Gitterverzerrungen durch Punktdefekte	7
2.2.1. Doppelkrafttensor P_{ij}	8
2.2.2. Misfittensor Q_{ij}	11
2.2.3. Orientierungsmittelung	14
2.2.4. Verschiebungsfeld $\underline{u}$	15
2.2.5. Gestaltparameter	17
2.3. Einfluß von Punktdefekten auf die Röntgen- beugung	19
2.3.1. Verschiebung der Braggreflexe	19
2.3.2. Huang-Streuung	21
2.3.2.1. Einfluß des Verschiebungsfeldes	24
2.3.2.2. Einfluß der Defektverteilung	26
2.3.3. Stokes-Wilson-Streuung	28
2.3.4. Reziproker Clusterradius q_0	28
2.3.5. Asymmetrie der diffusen Streuung	31
3. EXPERIMENTELLES	33
3.1. Meßaufbau	33
3.1.1. Radiale und angulare Messung	35
3.1.2. Auflösung	36
3.1.3. Auflösungskorrektur	38
3.1.4. Differenzmessung	40
3.1.5. Absolutintensitäten	40
3.2. Proben	42

3.3. Bestrahlung	44
3.3.1. Elektronenbestrahlung	44
3.3.2. Neutronenbestrahlung	45
3.4. Temperung	46
4. MESSERGEBNISSE NACH BESTRAHLUNG	47
4.1. Diffuse Röntgenstreuintensität nach Bestrahlung	47
4.2. Gitterkonstantenänderung	57
5. AUSWERTUNG FÜR UNDOTIERTE PROBEN	59
5.1. Abschätzen der Defektkonzentration	59
5.2. Abschätzen des Agglomerationsgrads der Leerstelle	61
5.3. Auswertung für einen mittleren Defekt	64
5.4. Auswertung für zwei Defektsorten	67
5.5. Wertebereich für den Agglomerationsgrad z_I des Zwischengitteratoms	69
5.6. Berücksichtigen des Leerstellen-Untergrunds	72
5.7. Volumenänderung durch Zwischengitteratom und Leerstelle aus den Leerstellen-korrigierten Daten	74
5.8. Dosisabhängigkeit von Defektkonzentration und Agglomerationsgrad des Zwischengitteratoms	75
6. AUSWERTUNG FÜR DIE BOR-DOTIERTEN PROBEN	79
6.1. Volumenänderung durch das substitutionelle Bor	81
6.2. Volumenänderung durch das interstitielle Bor	83
6.3. Volumenänderung durch die Leerstelle aus Zwischengitteratom-Trapping	85
6.4. Defektkonfiguration nach Neutronenbestrahlung	86
7. AUSHEILVERHALTEN FÜR UNDOTIERTE PROBEN	88
7.1. Verhalten der Huang-Streuung	88
7.2. Verhalten der Defektgestalt von Leerstelle und Zwischengitteratom	92
7.3. Verhalten von q_O^+ und z_I	95
7.4. Verhalten der Defektkonzentration	98

8. DOSISABHÄNGIGKEIT DES AUSHEILPROZESSES	100
8.1. 200°C-Stufe	103
8.2. 600°C-Stufe	105
9. KASKADENVOLUMEN	107
9.1. Kaskadenvolumen aus Sättigungsverhalten	107
9.2. Kaskadenvolumen aus Huangstreuung	110
9.3. Abschätzungen für die Kaskade	113
10. AUSHEILVERHALTEN FÜR BOR-DOTIERTE PROBEN	116
11. ANTISYMMETRISCHE STREUINTENSITÄT	121
12. DISKUSSION	124
LITERATURVERZEICHNIS	128
Anhang A: Verwendete Symbole und Zahlenwerte	131
Anhang B: Einfluß des Statischen Debye-Waller-Faktors	132
Anhang C: G-Abhängigkeit von q_0^+	134
Anhang D: Messung der IR-Absorption	136

VERWENDETE ABKÜRZUNGEN

XDS X-ray diffuse scattering,
 diffuse Röntgenstreuung,
 Die XDS umfaßt unter anderem folgende
 Streuintensitäten:
 I_H Huang-Streuintensität
 I_{SW} Stokes-Wilson-Streuintensität
 I_{Anti} Antisymmetrische Streuintensität

ZGA Zwischengitteratom
LS Leerstelle
 V_2 Doppelleerstelle
 V_4 Viererleerstelle

PROBEN

LB niedrig Bor-dotiert
HB hoch Bor-dotiert
LP niedrig Phosphor-dotiert
HP hoch Phosphor-dotiert

BESTRAHLUNGSDOSEN

BO25 $2.5 \times 10^{18} \text{ n/cm}^2$
CO88 $8.8 \times 10^{18} \text{ n/cm}^2$
DO92 $9.2 \times 10^{18} \text{ n/cm}^2$
E190 $19.0 \times 10^{18} \text{ n/cm}^2$
D253 $25.3 \times 10^{18} \text{ n/cm}^2$
C316 $31.6 \times 10^{18} \text{ n/cm}^2$

VERSCHIEDENES

c Defektkonzentration pro Atom
 P_{ij} Doppelkrafttensor
 Q_{ij} Misfittensor
Q Misfit, Volumenänderung pro Defekt
z Agglomerationsgrad

INDICES

I	Interstitial, ZGA
V	Vacancy, LS
B	Bor
BS	substitutionelles Bor
BI	interstitielles Bor
P	Phosphor
M	mittlerer Defekt
asir	nach Bestrahlung

1. EINLEITUNG

Silizium ist das meistverwendete und technologisch am besten beherrschte Ausgangsmaterial für die Halbleiterindustrie. Gängige Produktionstechniken wie Ionenimplantation und Dotierung durch neutroneninduzierte Kernumwandlung sind mit einer Schädigung des Silizium-Kristallgitters verbunden, die u.a. die elektrischen Eigenschaften des Materials beeinflusst. Die Ausheilung dieser Bestrahlungsschäden hat man technisch im Griff, wenn auch die einzelnen Vorgänge der Defektproduktion und Defektausheilung viele Fragen offen lassen.

Der elementare Prozeß der Strahlenschädigung ist die Zerstörung der streng periodischen Gitterstruktur, die Bildung von Zwischengitteratomen (ZGA) und Leerstellen (LS). Diese Defekte können wandern, agglomerieren, elektrisch aktive Niveaus bilden, nichtleitende Raumladungszonen erzeugen und anderes mehr.

Zu den vielfältigen Untersuchungen, die an das elektrische, paramagnetische und optische Verhalten der Defekte ankoppeln, fügen wir eine Untersuchung, die auf das elastische Verhalten anspricht. Die diffuse Röntgenstreuung (XDS, x-ray diffuse scattering) liefert uns Informationen über die Gitterverzerrungen, die von Punktdefekten in einem sonst ungestörten Kristallgitter erzeugt werden. Während sich die optischen, paramagnetischen und elektrischen Eigenschaften eines Defekts bei der Agglomeration stark ändern, und diese bezüglich der Meßmethode "unsichtbar" werden können, bleibt der Volumenmisfit eines Defekts bei der Agglomeration in erster Näherung konstant. Damit ist die XDS eine leistungsfähige Methode, um die Wanderung und Agglomeration von Defekten zu verfolgen.

2. THEORIE

Wir skizzieren zunächst die Vorstellungen, die man von Strahlenschäden im Festkörper hat und gehen dann auf die Beschreibung der Defekte im Rahmen der elastischen Kontinuums-theorie ein (siehe z.B. Leibfried und Breuer, 1978), wobei wir uns auf kubische Systeme beschränken. Zuletzt geben wir eine kurze Herleitung für die Theorie der Röntgenbeugung an Kristallgittern mit Punktdefekten (siehe z.B. Trinkaus, 1972).

2.1. Defekterzeugung durch Bestrahlung

Fällt energiereiche Strahlung auf einen Kristall, so wird durch die Wechselwirkung der Strahlung mit den Kristallatomen auf diese Energie übertragen. Ist die übertragene kinetische Energie T größer als die Schwellenergie T_d für Verlagerung (displacement), so verläßt das entsprechende Atom seinen Gitterplatz. Es entsteht ein Frenkelpaar, d.h. eine Leerstelle (LS) und ein Zwischengitteratom (ZGA).

Besitzt das primär verlagerte Atom eine kinetische Energie $T \gg T_d$, so kann es seinerseits weitere Frenkelpaare erzeugen. Nach dem Modell von Kinchin und Pease (1955) entstehen weitere Frenkelpaare, wenn bei einem Sekundärstoß auf ein ruhendes Atom eine kinetische Energie $T > 2 T_d$ übertragen wird. Damit erhalten wir für ein primär verlagertes Atom der Energie $T > 2 T_d$ insgesamt $N = T/(2 T_d)$ Frenkelpaare. Bei Bestrahlung mit schnellen Neutronen kann das primär verlagerte Atom so viel Energie erhalten, daß es Hunderte von sekundären Frenkelpaaren erzeugen kann. Wir sprechen dann von einer Verlagerungskaskade.

Die experimentell ermittelten Defektkonzentrationen in Verlagerungskaskaden liegen weit unter dem nach Kinchin und Pease berechneten Werten, da durch verschiedene Prozesse Energie ins Gitter dissipiert wird, ohne zu stabilen Verlagerungen beizutragen (Phononen, Ionisation, Ersetzungsstoßfolgen).

Die tatsächliche Defektproduktion liegt in der Größe von 10 - 20% des nach dem obigen Modell berechneten Wertes. Die Differenz kann durch die spontane Ausheilung naher Frenkelpaare beschrieben werden.

2.1.1. Elektronenbestrahlung

Bestrahlen wir Silizium mit Elektronen von einigen MeV Energie, so erzeugen wir im wesentlichen Einzeldefekte. Für 2.9 MeV-Elektronen beträgt die maximale Rückstoßenergie für ein Siliziumatom $T_{\max} = 870$ eV. Da 80 - 90% der kinetischen Energie ohne Verlagerungen ins Gitter dissipiert wird, stehen dann ca. 130 eV für Verlagerungen zur Verfügung gegen die Schwellenergie $T_d = 13$ eV (Corbett und Bourgoïn, 1975). Wären ZGA und LS unbeweglich, würde man pro stoßendes Elektron bis zu 10 Frenkelpaare erwarten.

Es gibt Hinweise dafür, daß das ZGA in Silizium bereits bei 0.5 K-Bestrahlung beweglich ist, sich also auch bei tiefen Bestrahlungstemperaturen nicht einfrieren läßt (Gwozdź und Koehler, 1972). Außerdem ist bei Elektronenbestrahlung die Defektproduktionsrate stark von der Konzentration der Dotierungsatome abhängig, und man vermutet, daß geladene Dotierungsatome über Coulomb-Wechselwirkung geladene ZGA bzw. LS einfangen (McKeighen und Koehler, 1971).

Wir können größere Defektkonzentrationen ($c > 1 \cdot 10^{-4}$) nur erzeugen, wenn wir durch Fremdatome entweder ZGA oder LS einfangen und so eine Rekombination verhindern. Der nicht eingefangene Partner bildet Agglomerate, falls er bei der Bestrahlungstemperatur beweglich ist, und für ihn keine anderen Senken vorliegen.

2.1.2. Neutronenbestrahlung

Während Elektronen mit der Energie von einigen MeV nur niederenergetische Rückstoßatome (einige 100 eV) produzieren, haben die Rückstoßatome nach einer Kollision mit Reaktorspaltneutronen typischerweise Energien zwischen 10 und einigen 100 keV. Diese primär verlagerten Atome führen zu einer Defektstruktur, wie sie auch bei Ionenbeschuss auftritt. Längs ihres Bremsweges erzeugen sie sekundäre Verlagerungen, so daß auf kleinem Raum eine sehr hohe Defektdichte vorliegt (Defektkaskade).

Es gibt zahlreiche Computersimulationen solcher Kaskaden. Abb.1 zeigt die Simulation für einen 10 keV-Rückstoß eines primär verlagerten Atoms für eine Verlagerungsenergie $T_d = 25$ eV und Atommasse $A = 73$ (Germanium) von Yoshida (1960). Die zwei gezeigten Kaskadenstrukturen entsprechen verschiedenen Zufallswerten bei der Simulation. Gittereffekte wurden bei der Rechnung vernachlässigt, es wurde eine Zufallsverteilung der Gitteratome angenommen.

Für die Simulation eines 50 keV-Rückstoßes in Silizium erhält van Lint und Leadon (1974) zigarrenförmige Kaskaden mit einer Länge von 1000 Å und einem Querdurchmesser von 250 Å.

Während bei Elektronenbestrahlung stabile Defekte hauptsächlich durch Einfang an Fremdatomen produziert werden, stabilisieren sich die Defekte bei Neutronenbestrahlung durch Agglomeration. Cheng und Lori (1968) beobachteten, daß die Produktionsrate von Doppelleerstellen durch LS-Traps (Sauerstoff O) nicht beeinflußt wird. Die Produktionsrate von LS-O Komplexen (A-Zentren) ist extrem gering im Vergleich zur Elektronenbestrahlung. Dies deutet darauf hin, daß die LS in der Kaskade sofort zu unbeweglichen LS-Agglomeraten wie Doppelleerstellen agglomerieren. Die Agglomeration der ZGA scheint etwas langsamer vor sich zu gehen, Cheng und Lori beobachteten eine Erhöhung der Defektproduktion durch Dotierung mit ZGA-Traps (Bor).

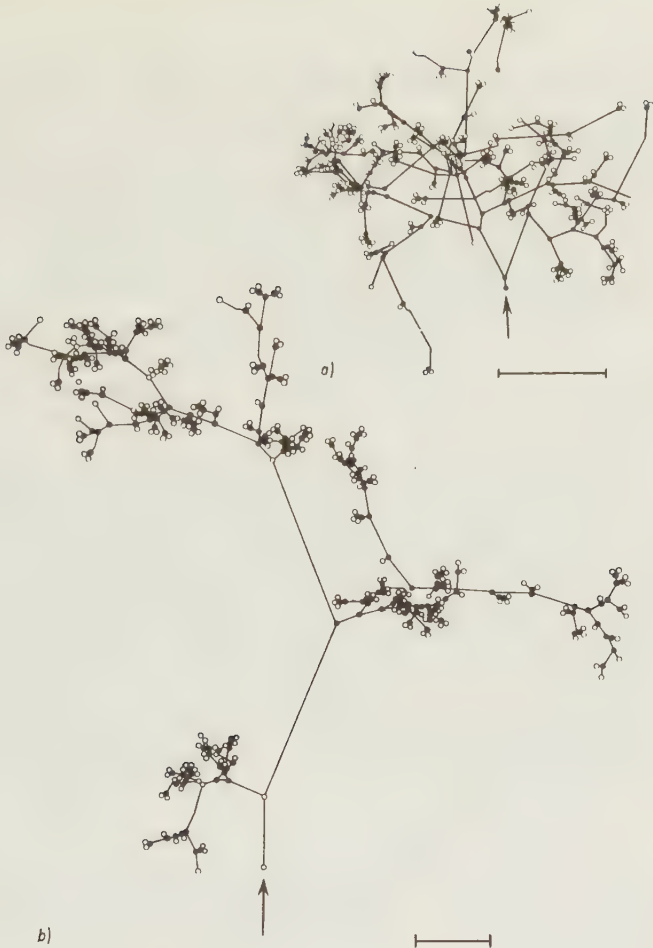


Abb.1 : Zwei verschiedene Kaskadenstrukturen, wie man sie durch Rechnersimulation für 10 keV Primärenergie für Germanium erhält (Yoshida, 1960). Der Pfeil gibt den Ort und die Bewegungsrichtung des primär angestoßenen Atoms an. Die Strichlänge ist 20 Atomabstände.

Offensichtlich können die ZGA die Kaskade verlassen und zu Fremdatomen gelangen, bevor sie durch Agglomeration unbeweglich werden.

Neben der Kaskadenbildung durch schnelle Neutronen erhalten wir bei Reaktorbestrahlung auch eine Schädigung durch thermische Neutronen, deren Anteil wir nun abschätzen.

Der mittlere Absorptionsquerschnitt für thermische Neutronen ist 90 mbarn, die mittlere Rückstoßenergie als Folge von (n, γ) -Prozessen beträgt 800 eV. Vergleichen wir den Absorptionsquerschnitt für thermische Neutronen mit dem für schnelle Neutronen (3 barn) und den Energieübertrag für thermische Neutronen mit dem für schnelle Neutronen (ca. 60 keV), so erhalten wir für den Unterschied in der Gitterschädigung pro einfallendes Neutron einen Faktor 2500. Da bei unseren Bestrahlungen das Flußverhältnis thermisch zu schnell maximal 6:1 beträgt, können wir den Einfluß der thermischen Neutronen auf unsere Experimente vernachlässigen.

Für die Umwandlung in Phosphor steht das Isotop Si_{30} nur mit einem Anteil von 3% zur Verfügung, so daß die Phosphor-Defektkonzentration noch einmal um den Faktor 30 unter der Defektkonzentration durch alle thermischen Neutronen liegt.

2.2. Gitterverzerrungen durch Punktdefekte

Haben wir in einen Kristall durch Bestrahlung Zwischen-
gitteratome und Leerstellen eingebaut, so gehen von diesen
Fehlstellen Verschiebungen aus, die das ideale Gitter
stören. Im Rahmen der elastischen Kontinuumstheorie können
wir das Fernfeld der Verschiebungen beschreiben. Dabei
müssen wir beachten, daß sich im endlichen Medium andere
Verschiebungen ergeben als im unendlichen:

$$u^e = u^\infty + u^I$$

Die Verschiebungen im endlichen Medium u^e setzen sich zu-
sammen aus den Verschiebungen im unendlichen Medium u^∞
und den Verschiebungen u^I durch die Bildkräfte (image forces)
an der Oberfläche des Mediums, die bei zufälliger Verteilung
der Defekte einem hydrostatischen Druck auf das Medium ent-
sprechen (Fischer und Hahn, 1963). Wir betrachten zunächst
eine einzige Defektsorte im unendlichen Medium und schreiben
für u^∞ kurz u .

Wir werden zeigen, daß das Fernfeld der Verschiebungen durch
einen symmetrischen Tensor P_{ij} (Doppelkrafttensor) voll-
ständig beschrieben werden kann, bzw. durch Kräftepaare am
Defektort. Analog können wir das Fernfeld auch durch den
anschaulicheren Misfittensor Q_{ij} beschreiben, der die mitt-
leren Verzerrungen des Mediums angibt. Bei zufälliger Orien-
tierung der Defekte sind für die XDS nur bestimmte Mittel-
werte von P_{ij} und Q_{ij} zugänglich. Falls sich der Misfittensor
im Laufe von Ausheilprozessen ändert, ist es günstig, diese
Änderung als Änderung eines Gestaltparameters R quantitativ
zu beschreiben.

2.2.1. Doppelkrafttensor P_{ij}

Fügen wir in ein Kristallgitter am Ort $\underline{r}_n$ ein Atom ein oder nehmen eines heraus (Zwischengitteratom oder Leerstelle), so werden auf die Umgebung dieses Defekts Kräfte ausgeübt. Lassen wir den Kristall relaxieren, so verschieben sich die ursprünglichen Atomorte $\underline{r}_m$. Das Verschiebungsfeld $\underline{u}_{mn}$:

$$\underline{u}_{mn} = \underline{R}_m - \underline{r}_m \quad (1)$$

$\underline{u}_{mn}$ Verschiebung des Atoms am Ort $\underline{r}_m$
 durch einen Defekt am Ort $\underline{r}_n$
 $\underline{r}_m$ ursprünglicher Gitterplatz
 $\underline{R}_m$ verschobener Gitterplatz

kann in unmittelbarer Nähe des Defekts einen relativ komplizierten Verlauf haben, da der Defekt nicht nur Kräfte auf die nächsten Nachbarn, sondern auch auf die zweitnächsten usw. ausüben kann. Außerdem müssen die Kräfte nicht notwendig zentralsymmetrisch sein. In großer Entfernung vom Defekt hingegen pflanzen sich die Verschiebungen in einfacher Weise fort und können im Rahmen der elastischen Kontinuumstheorie beschrieben werden. Dieses Fernfeld der Verschiebungen eines Defekts kann in erster Näherung beschrieben werden durch drei orthogonale Kräftepaare, die im Abstand l vom Defektort radial angreifen, und durch deren Orientierung im Raum, d.h. durch einen symmetrischen Tensor 2. Stufe, den Doppelkrafttensor P_{ij} :

$$P_{ij} = \sum_{\mu}^6 f_{\mu}^i l_{\mu}^j \quad (2)$$

$\underline{l}^{\mu}$ sind die Orte, an denen die sechs Kräfte angreifen ($|\underline{l}^{\mu}| = l$). Für Leerstelle oder Zwischengitteratom wird man zur Veranschaulichung der Kräfte l in der Größe der Abstände nächster Nachbarn wählen.

Dies ist eine der möglichen Darstellungen. Ist der Platztyp des Defekts bekannt, kann man die Kräfte $\underline{f}$ auch an den

Nachbaratomen des Defekts angreifen lassen und je nach Symmetrie des Defektplatzes anders aufspalten.
Das Verschiebungsfeld lautet dann für das unendliche Medium:

$$u_i(\underline{r}) = \partial_k D_{ij}^{-1} P_{jk} + O(1/r^3) \quad (3)$$

$\partial_k D_{ij}^{-1} \propto 1/r^2$ beinhaltet die elastischen Eigenschaften des Kristallgitters und ist der Gradient der Inversen der Dynamischen Matrix D_{ij} .

O.B.d.A. sei P_{ij} in Diagonalform:

$$P_{ij} = \begin{pmatrix} P_{11} & 0 & 0 \\ 0 & P_{22} & 0 \\ 0 & 0 & P_{33} \end{pmatrix}$$

Dann wird der Defekt beschrieben durch die Kräftepaare

$$f_i = P_{ii}/l$$

in Richtung der Hauptachsen, die im Abstand l vom Defektort angreifen (Abb.2):

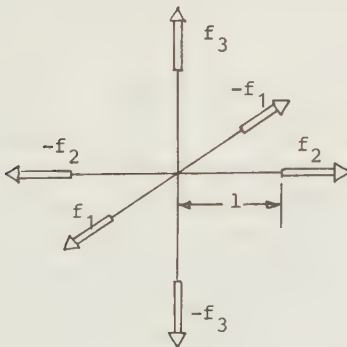


Abb.2 : Repräsentation eines Punktdéfektes durch drei orthogonale Doppelkräfte

Diese fiktiven Kräfte erzeugen im idealen Kristall ein Fernfeld der Verschiebungen, das identisch ist mit dem des Defekts. Sie werden Kanzaki-Kräfte (Kanzaki, 1957) genannt und sind nicht gleichzusetzen mit den tatsächlichen Kräften, die der Defekt auf seine Umgebung ausübt.

Wenn wir das Verschiebungsfeld für kleine Abstände vom Defekt beschreiben wollen, so müssen wir mehr Kanzaki-Kräfte hinzunehmen, um auch den Quadrupol-, Oktopol- usw. Anteil richtig zu beschreiben. Im Rahmen der elastischen Kontinuumstheorie können wir das gesamte Verschiebungsfeld beschreiben durch die entsprechende Dichteverteilung $\underline{f}(\underline{r})$ von Kanzaki-Kräften.

Das bisher Gesagte beschränkt sich nicht auf Einzeldefekte wie Zwischengitteratom und Leerstelle. Auch Agglomerate, speziell auch Versetzungsringe, lassen sich durch einen Doppelkrafttensor beschreiben, sofern sie räumlich in allen drei Dimensionen begrenzt sind (z.B. keine Linienversetzungen). Es sei die Maximalausdehnung d , dann können wir für $r \gg d$ in Gleichung (3) wieder die Terme $O(1/r^3)$ vernachlässigen. Für einen Versetzungsring mit Flächenvektor $\underline{A}$ und Burgersvektor $\underline{b}$ können wir direkt den Doppelkrafttensor angeben (Trinkaus, 1972):

$$P_{ij} = C_{ijkl} \frac{1}{2} (A_k b_l + A_l b_k) \quad (4)$$

2.2.2. Misfittensor Q_{ij}

Statt von den Kanzaki-Kräften auszugehen, können wir auch von den mittleren Verzerrungen ϵ_{ij} ausgehen:

$$\langle \epsilon_{ij} \rangle_V =: N c Q_{ij} \quad (5)$$

mit

ϵ_{ij}	Verzerrungstensor
V	Kristallvolumen
N	Anzahl der Atome
c	Anzahl der Defekte pro Atom
Q_{ij}	Misfittensor

Die Bedeutung des Misfittensors können wir uns einfach veranschaulichen. Bringen wir in eine Kugel n Defekte mit dem Misfittensor Q_{ij} ein, so daß sie homogen verteilt und einheitlich ausgerichtet sind, so geht die Kugel in ein Ellipsoid über, das die gleiche Symmetrie hat wie der Misfittensor. Die Hauptachsen des Ellipsoids sind die Hauptachsen des Misfittensors, die Längenänderungen der Kugel in Richtung der Hauptachsen $(\Delta a/a)_i$ pro Defekt sind gerade die Diagonalelemente des Misfittensors Q_{ii} geteilt durch das Volumen der primitiven Zelle Ω :

$$(\Delta a/a)_i = Q_{ii} / \Omega \quad (6)$$

Anders herum betrachtet können wir aus dem Medium eine Kugel entfernen und ein starres Ellipsoid einsetzen, so daß die Längenänderung in Richtung der Hauptachsen gerade die Gleichung (6) für einen Defekt erfüllt (Abb.3). Dann erhalten wir ein Verschiebungsfernfeld, das identisch ist mit dem des wirklichen Defekts, den wir durch Q_{ij} charakterisieren. Aus Gleichung (6) entnehmen wir auch, daß die Spur des Misfittensors die Volumenaufweitung pro Defekt im endlichen Medium angibt:

$$\text{Sp}(Q_{ij}) = \Delta V =: Q \quad (7)$$

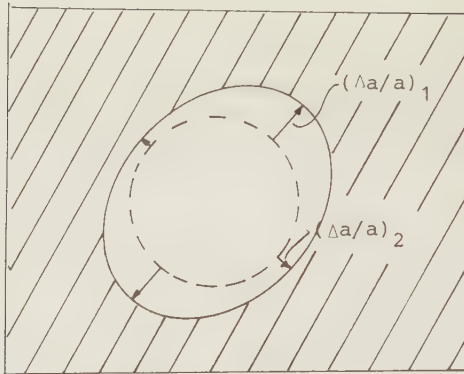


Abb.3 : Veranschaulichung des Misfittensors Q_{ij} eines Punktdefekts

Zwischen Q_{ij} und P_{ij} besteht ein einfacher Zusammenhang:

$$P_{ij} = C_{ijkl} Q_{kl} \quad (8)$$

Speziell für kubische Kristalle gilt:

$$\begin{pmatrix} P_{11} \\ P_{22} \\ P_{33} \\ P_{23} \\ P_{31} \\ P_{12} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} c_{11} & c_{12} & c_{12} & & & \\ c_{12} & c_{11} & c_{12} & & & \\ c_{12} & c_{12} & c_{11} & & & \\ & & & 2 c_{44} & & \\ & & & & 2 c_{44} & \\ & & & & & 2 c_{44} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} Q_{11} \\ Q_{22} \\ Q_{33} \\ Q_{23} \\ Q_{31} \\ Q_{12} \end{pmatrix} \quad (9)$$

Speziell für einen Versetzungsring gilt:

$$Q_{ij} = \frac{1}{2} (A_i b_j + A_j b_i) \quad (10)$$

und damit für den Volumenmisfit Q

$$Q = \underline{A} \underline{b} \quad (11)$$

Der Volumenmisfit Q bewegt sich für Zwischengitteratom und Leerstelle in der Größenordnung von Ω ("Atomvolumen"):

Q/Ω	Kristall				
	Al	Cu	Pt	Mo	Zn
LS	-0.05	-0.4	-0.4		-0.6
ZGA	1.9	1.4	2.0	1.1	3.6

Tab.1 : Beispiele für die Volumenänderung durch Zwischengitteratom und Leerstelle

2.2.3. Orientierungsmittelung

Bei zufälliger Orientierung der Defekte sind über die Messung der diffusen Röntgenstreuung nur folgende Mittelwerte von Doppelkrafttensor P_{ij} und Misfitensor Q_{ij} zugänglich:

$$\begin{aligned}\alpha &= \sum_i P_{ii}^2 & \phi &= \sum_i Q_{ii}^2 \\ \beta &= \sum_{i>j} P_{ii} P_{jj} & \chi &= \sum_{i>j} Q_{ii} Q_{jj} \\ \gamma &= \sum_{i>j} P_{ij}^2 & \psi &= \sum_{i>j} Q_{ij}^2\end{aligned}\quad (12)$$

Die Mittelwerte von P_{ij} und Q_{ij} hängen gemäß Gleichung (9) über folgende Gleichungen zusammen:

$$\begin{aligned}(\alpha + 2 \beta) &= (c_{11} + 2 c_{12})^2 (\phi + 2 \chi) \\ (\alpha - \beta) &= (c_{11} - c_{12})^2 (\phi - \chi) \\ \gamma &= 4 c_{44}^2 \psi\end{aligned}\quad (13)$$

wobei

$$\begin{aligned}\alpha + 2\beta &= (\sum_i P_{ii})^2 \quad \text{die kubischen Anteile angibt,} \\ \alpha - \beta &= \sum_{i>j} (P_{ii} - P_{jj})^2 \quad \text{die tetragonalen, und} \\ \gamma &= \sum_{i>j} P_{ij}^2 \quad \text{die trigonalen.}\end{aligned}$$

2.2.4. Verschiebungsfeld $\underline{u}$

Das Verschiebungsfeld im endlichen Medium setzt sich zusammen aus:

$$\underline{u}^e = \underline{u} + \underline{u}^I \quad (14)$$

$\underline{u}$ Verschiebungsfeld im unendlichen Medium

$\underline{u}^I$ Verschiebungsfeld durch Bildkräfte an der Oberfläche des endlichen Mediums

Für das Verschiebungsfeld im unendlichen Medium gilt

$$\underline{u}_i(\underline{r}) = \partial_k D_{kj}^{-1} P_{ij} \quad (15)$$

Für isotrope Defekte ($P_{ij} = P_o \delta_{ij}$) und isotropes Medium gilt:

$$\underline{u}(\underline{r}) = \frac{1}{4\pi c_{11}} P_o \underline{r}/r^3 \quad (16)$$

bzw.

$$\underline{u}(\underline{r}) = \frac{1}{4\pi} \eta Q \underline{r}/r^3$$

Q Volumenmisfit im endlichen Kristall

η Verhältnis von Volumenänderung im unendlichen Kristall / Volumenänderung im endlichen Kristall:

$$\eta = \frac{1}{3} (c_{11} + 2 c_{12}) / (c_{11} - 0.4 d)$$

wobei die elastische Anisotropiekonstante d für isotropes Medium gleich Null zu setzen ist. Die Korrektur für die Volumenaufweitung im unendlichen Medium gilt auch für Anisotropie, also auch für $d \neq 0$. Allerdings wird dann u winkelabhängig.

$$d = c_{11} - c_{12} - 2 c_{44}$$

Für die diffuse Röntgenstreuung ist nur $\underline{u}$ wichtig, während in die Verschiebung der Braggreflexe $\underline{u}^I$ mit eingeht.

Ein Teil der diffusen Röntgenstreuung kann analytisch nur beschrieben werden für isotrope Defekte im isotropen Medium. Um einen analytischen Ausdruck für anisotrope Defekte im anisotropen Medium zu erhalten, nähern wir das anisotrope Verschiebungsfeld durch ein isotropes an (Trinkaus, 1972). Die Anisotropie drückt sich in einer geänderten Defektstärke aus, in die jetzt auch die Scheranteile des Misfittensors Q_{ij} eingehen:

$$\underline{u}(\underline{r}) = \frac{1}{4\pi} \eta \sqrt{3} \tilde{Q} \underline{r}/r^3 \quad (17)$$

mit der Defektstärke $\tilde{Q}$:

$$\tilde{Q}^2 := \text{Sp}(Q_{ij}^2) = \sum_{i,j} Q_{ij}^2 \quad (18)$$

η beinhaltet jetzt auch $d \neq 0$. Für Isotropie geht Gleichung (17) in Gleichung (16) über.

2.2.5. Gestaltparameter

In den Gleichungen für die Stokes-Wilson-Streuung, die antisymmetrische Streuung und den Statischen Debye-Waller-Faktor werden wir Q und $\tilde{Q}$ wiederfinden. Um überall $\tilde{Q}$ durch Q ersetzen zu können, führen wir einen Gestaltparameter λ ein, derart daß gilt:

$$\tilde{Q} =: \lambda Q \quad (19)$$

mit $\lambda = 1/\sqrt{3}$ für kubische Defekte
 $\lambda \gg 1$ für Defekte mit hohen Scheranteilen

In der Literatur finden wir auch einen Gestaltparameter R (Trinkaus, 1972), der definiert ist als

$$R := 1 - \frac{1}{3} \frac{1}{\lambda^2} = 1 - \frac{1}{3} \frac{Q^2}{\tilde{Q}^2} = 1 - \frac{1}{3} \frac{\phi + 2}{\phi + 2} \frac{\chi}{\psi} \quad (20)$$

R gibt den prozentualen Anteil der Scherkomponenten an ($0 \leq R \leq 1$), wobei

$R = 0$ bedeutet: kubischer Defekt, $Q_{ij} = Q_0 \delta_{ij}$

$R = 1$ bedeutet, der Defekt besitzt nur Scheranteile, $Q = 0$.

Um uns den Gestaltparameter zu veranschaulichen, bringen wir o.B.d.A. den Misfittensor auf Diagonalform. Wir können sieben Fälle unterscheiden, die wir in Tabelle 2 aufführen. Beispiel für einen "planaren" Defekt ist ein Versetzungsring mit einer reinen Stufenversetzung. Beispiel für einen "linearen" Defekt ist eine Kette von Defekten, deren Verschiebungen in Längsrichtung weitgehend von den beiden End-Defekten bestimmt ist, während in Querrichtung alle Defekte der Kette im gleichen Maß zu den Verschiebungen beitragen.

Gestalt- parameter R	"Gestalt"	Beispiel für Q_{ij}
0	kugelförmig	$\begin{pmatrix} 2 & & \\ & 2 & \\ & & 2 \end{pmatrix}$
$0 < R < \frac{1}{3}$	Rotationsellipsoid	$\begin{pmatrix} 2 & & \\ & 2 & \\ & & 1 \end{pmatrix}$
$\frac{1}{3}$	"Linearer" Defekt keine Verschiebungen in Achsrichtung	$\begin{pmatrix} 2 & & \\ & 2 & \\ & & 0 \end{pmatrix}$
$\frac{1}{3} < R < \frac{2}{3}$	elliptisch mit drei verschied. Achsen od. hyperbolisch	$\begin{pmatrix} 2 & & \\ & 1 & \\ & & 0 \end{pmatrix}$
$\frac{2}{3}$	"planarer" Defekt keine Verschiebungen in der Ebene	$\begin{pmatrix} 2 & & \\ & 0 & \\ & & 0 \end{pmatrix}$
$\frac{2}{3} < R < 1$	hyperbolisch, zwei Achsaabschnitte mit entgeg. Vorzeichen	$\begin{pmatrix} 2 & & \\ & -1 & \\ & & 0 \end{pmatrix}$
1	Scherversetzung $Q = 0$	$\begin{pmatrix} 2 & & \\ & -2 & \\ & & 0 \end{pmatrix}$

Tab.2 : Gestaltparameter R

2.3. Einfluß von Punktdefekten auf die Röntgenbeugung

Streuung an einem idealen Gitter liefert uns Streuintensität nur für definierte Werte des Streuvektors $\underline{K}$:

$$\underline{K} = \underline{G} \quad \underline{G} \text{ reziproker Gittervektor}$$

d.h. wenn die Braggbedingung erfüllt ist. Bauen wir Punktdefekte in das Gitter ein, so führen die Gitterverzerrungen zu folgenden drei Effekten (Abb.4):

- a) Verschiebung der Braggreflexe
- b) Abschwächung der Braggreflexe
- c) Diffuse Streuintensität, die in den Flanken der Braggreflexe konzentriert ist.

Die Schwächung der Braggreflexe wird durch den Statischen Debye-Waller-Faktor beschrieben. Diese Abschwächung betrifft nicht nur die Braggreflexe, sondern in gleichem Maß die XDS. Schätzen wir den Statischen Debye-Waller-Faktor für unsere Proben ab, so erhalten wir eine Schwächung der Braggreflexe von bis zu 9%. Wir vernachlässigen im folgenden den Einfluß des Statischen Debye-Waller-Faktors und diskutieren im Anhang B dieses Vorgehen.

2.3.1. Verschiebung der Braggreflexe

Durch den Einbau von Defekten ändert sich das Volumen des Kristalls und damit die mittlere Gitterkonstante. Für eine zufällige Verteilung der Defekte gilt:

$$\begin{aligned} \Delta a/a &= \frac{1}{3} \Delta V/V = \frac{1}{3} \frac{c N Q}{N \Omega} \\ \Delta a/a &= \frac{1}{3} c Q/\Omega \end{aligned} \quad (21)$$

mit $c N Q$: Volumenänderung durch alle Defekte
 $N \Omega$: Volumen des Kristalls

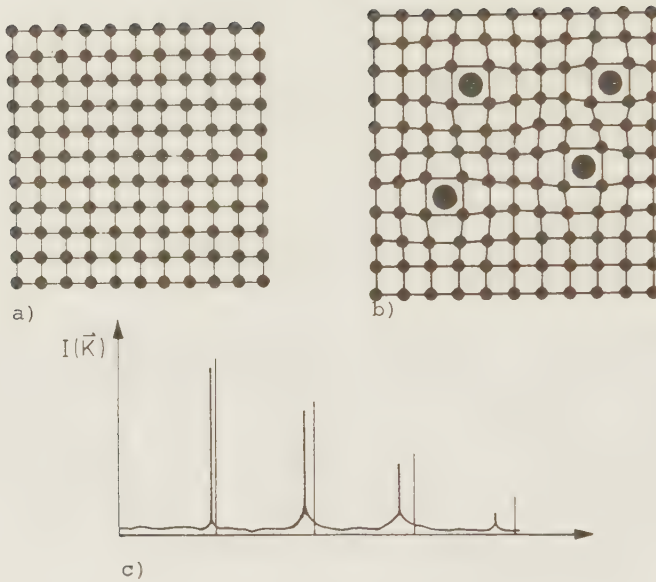


Abb.4 : Einfluß von Gitterverzerrungen auf die Röntgenbeugung
a) unverzerrtes Gitter
b) verzerrtes Gitter
c) Streuintensität in Richtung einer reziproken Gitterachse (siehe Text)

2.3.2. Huang-Streuung

Nach der kinematischen Theorie liefert eine Anordnung von N Atomen an den Orten $\underline{R}_m$ folgende Streuamplitude $A(\underline{K})$ in Elektroneneinheiten:

$$A(\underline{K}) = \sum_m f e^{i\underline{K}\underline{R}_m} \quad (22)$$

wobei die Summe über m hier und im folgenden von 1 bis N läuft. Sind die Atome in einem primitiven Gitter angeordnet, und ist $N \gg 1$, so erhalten wir für die Streuamplitude

$$A(\underline{K}) = \begin{cases} N f & \text{für } \underline{K} = \underline{G} \\ \text{sonst} & \end{cases} \quad (23)$$

also die ungestörten Braggreflexe.

Ist das Gitter durch Punktdefekte verzerrt, so können wir uns die neuen Atomlagen zusammengesetzt denken aus einem neuen mittleren Gitter $\underline{r}_m$ und aus Fluktuationen $\underline{u}_m$ um dieses mittlere Gitter:

$$\underline{R}_m = \underline{r}_m + \underline{u}_m \quad \text{mit} \quad \sum_m \underline{u}_m = 0 \quad (24)$$

Das neue mittlere Gitter liefert die Verschiebung der Braggreflexe, die Fluktuationen $\underline{u}_m$ liefern die Huang-Streuung. Die Streuamplitude hat dann die Form

$$A(\underline{K}) = \sum_m f e^{i\underline{K}(\underline{r}_m + \underline{u}_m)} = \sum_m f e^{i\underline{K}\underline{r}_m} e^{i\underline{K}\underline{u}_m} \quad (25)$$

Für kleine Verschiebungen $\underline{K}\underline{u}_m \ll 1$ können wir entwickeln:

$$A(\underline{K}) = \sum_m f e^{i\underline{K}\underline{r}_m} (1 + i\underline{K}\underline{u}_m + O((\underline{K}\underline{u}_m)^2)) \quad (26)$$

Vernachlässigen wir die Terme $O((\underline{K}\underline{u}_m)^2)$, so besteht die Streuamplitude aus zwei Summanden, der Braggamplitude A_B und der Huang-Amplitude A_H :

$$A(\underline{K}) = A_B(\underline{K}) + A_H(\underline{K}) \quad (27)$$

mit

$$A_B(\underline{K}) = \sum_m f e^{i\underline{K}\underline{r}_m}$$

$$A_H(\underline{K}) = \sum_m f e^{i\underline{K}\underline{r}_m} i\underline{K}\underline{u}_m = \sqrt{N} f i \underline{K}\underline{u}_q \frac{1}{N}$$

mit

$$\underline{u}_q = \frac{\Omega}{\sqrt{N}} \sum_m e^{-i\underline{K}\underline{r}_m} \underline{u}_m \xrightarrow{N \rightarrow \infty} \frac{\Omega}{\sqrt{N}} \int \frac{d\tau}{\Omega} e^{-i\underline{K}\underline{r}} \underline{u}(\underline{r})$$

der Fouriertransformierten des Verschiebungsfelds.

$\underline{q}$ ist der auf die erste Brillouin-Zone reduzierte Streuvektor, bzw. der Abstand zum nächsten reziproken Gitterpunkt:

$$\underline{q} = \underline{K} - \underline{G}$$

Die Wahl des Vorfaktors bei der Fouriertransformation ist Konvention.

Wir interessieren uns weiter für die Huang-Streuamplitude A_H . Unter bestimmten Umständen können wir das Verschiebungsfeld der Defektverteilung $\underline{u}_m$ zurückführen auf das Verschiebungsfeld $\underline{u}_{mn}^0$ eines Einzeldefekts am Ort $\underline{r}_n$. Zunächst wollen wir annehmen, daß die Defektplätze mit den Gitterplätzen übereinstimmen. Die Defektverteilung können wir dann durch Besetzungszahlen c_n kennzeichnen:

$$c_n = \begin{cases} 1 & \text{für Defekt am Ort } \underline{r}_n \\ 0 & \text{kein Defekt am Ort } \underline{r}_n \end{cases}$$

Die Gültigkeit des Superpositionsprinzips bedeutet dann:

$$\underline{u}_m = \sum_n c_n \underline{u}_{mn}^0 \quad (28)$$

Gleichung (28) hat die Form einer Faltung. Damit wird die Fouriertransformierte zu einem Produkt:

$$\underline{u}_q = c_q \underline{u}_q^o \quad (29)$$

mit

$$c_q = \frac{1}{\sqrt{N}} \sum_m e^{i\mathbf{K}\cdot\mathbf{r}_m} c_m \stackrel{N \rightarrow \infty}{=} \frac{1}{\sqrt{N}} \int_{\Omega} d\mathbf{r} e^{i\mathbf{K}\cdot\mathbf{r}} c(\mathbf{r})$$

der Fouriertransformierten der Defektverteilung, und

$$\underline{u}_q^o = \Omega \sum_m e^{i\mathbf{K}\cdot\mathbf{r}_m} \underline{u}_{m0}^o \stackrel{N \rightarrow \infty}{=} \Omega \int_{\Omega} d\mathbf{r} e^{i\mathbf{K}\cdot\mathbf{r}} \underline{u}^o(\mathbf{r})$$

der Fouriertransformierten des Verschiebungsfelds des Einzeldefekts. Die Wahl der Vorfaktoren bei der Transformation von c_q und $\underline{u}_q^o$ sind Konvention.

Die Intensität der Huang-Streuung erhält damit die Form

$$\begin{aligned} I_H(\mathbf{K}) &= A_H(\mathbf{K}) A_H^\dagger(\mathbf{K}) \\ I_H(\mathbf{K}) &= N \frac{|f|^2}{\Omega^2} |c_q|^2 |\mathbf{K} \underline{u}_q^o|^2 \end{aligned} \quad (30)$$

und liefert uns Informationen über die Fouriertransformierten der Defektverteilung und des Verschiebungsfelds des Einzeldefekts.

Die exaktere Herleitung für nicht primitive Gitter und beliebige Defektplätze (Trinkaus, 1972) liefert in Elektroneneinheiten pro Atom (eua : electron units per atom):

$$I_H^{\text{eua}}(\mathbf{K}) = I_H / N = \frac{|f|^2}{V_c} |c_q|^2 |\mathbf{K} \underline{u}_q^o|^2 \quad (31)$$

2.3.2.1. Einfluß des Verschiebungsfeldes

Im Rahmen der elastischen Kontinuumsstheorie hat das Verschiebungsfeld eines Punktdefekts die Form (Gleichung 15):

$$u_i(\underline{r}) = \partial_k D_{ij}^{-1} p_{jk}$$

Die Fouriertransformierte nimmt dann folgende Gestalt an:

$$u_{q,i} = i q_k D_{ij}^{-1}(\underline{q}) p_{jk} \propto 1/q \quad (32)$$

$D_{ij}^{-1}(\underline{q})$ beinhaltet die elastischen Eigenschaften der Matrix sowie den reduzierten Zonenvektor $\underline{q}$. p_{ij} ist der Doppelkrafttensordes Defekts und repräsentiert die Defekteigenschaften.

Da in die Huangstreuung das Produkt $\underline{K} \underline{u}_q$ eingeht, können wir durch verschiedene Wahl von $\underline{K}$ und $\underline{q}$ verschiedene Information über p_{ij} gewinnen. In der Nähe eines Braggreflexes ($\underline{K} \approx \underline{G}$) können wir schreiben:

$$\underline{K} \underline{u}_q^0 = \frac{G^2}{q^2} \frac{1}{3c_{44}} \Pi \quad \text{mit} \quad \underline{q} = \underline{K} - \underline{G} \quad (33)$$

und Π gemäß Tabelle 3.

Für $q \rightarrow 0$ ist die dynamische Matrix durch die elastischen Konstanten bestimmt. Damit ist Π in den hochsymmetrischen Richtungen eine relativ einfache Kombination von elastischen Konstanten und den Tensorparametern α, β und γ :

$\underline{G} //$	[100]			[110]		[111]
$\underline{q} //$	[100]	[010]	[110]	[110]	[001]	[111]
Π	$\frac{\alpha}{(1+a+b)^2}$	γ	$\frac{2(\alpha+\beta+2\gamma)}{(2+a+2b)^2}$	$\frac{2(\alpha-\beta)}{(2+a)^2}$	γ	$\frac{3(\alpha+2\beta+4\gamma)}{(3+a+3b)^2}$

mit $a = (c_{11} - c_{12} - 2c_{44})/c_{44}$ und $b = (c_{12} + c_{44})/c_{44}$

Tab.3 : Information aus Π über die Mittelwerte von p_{ij}

Messen wir in der Umgebung eines (hh0)-Reflexes, so erhalten wir alle Information über den Punktdefekt, die wir aus der Huang-Streuung erhalten können, und zwar für

$\underline{q} // [001]$ die trigonalen Anteile $\Pi_{001} \propto \gamma$

$\underline{q} // [110]$ die tetragonalen Anteile $\Pi_{1\bar{1}0} \propto (\alpha - \beta)$

$\underline{q} // [110]$ die kubischen Anteile vermengt mit tetragonalen und trigonalen Anteilen

$$\Pi_{110} \propto 2(\alpha + 2\beta) + (\alpha - \beta) + 6\gamma$$

Die Spur des Doppelkrafttensors P_{ij} erhalten wir dann zu

$$\begin{aligned} (\text{Sp } P_{ij})^2 &= (\alpha + 2\beta) \\ &= \frac{3}{4} (2+a+2b)^2 \Pi_{110} - \frac{1}{4} (2+a)^2 \Pi_{1\bar{1}0} - 3 \Pi_{001} \end{aligned} \quad (34)$$

und daraus nach Gleichung (13) auch den Volumenmisfit Q . Mit den Zahlenwerten aus Anhang A erhalten wir:

$$Q^2 = (\Sigma_i Q_{ii})^2 = 5.33 \Pi_{110} - 0.11 \Pi_{1\bar{1}0} - 0.89 \Pi_{001} \quad (35)$$

bzw. für die Defektstärke

$$Q^2 = (\Sigma_{i,j} Q_{ij}^2) = 1.78 \Pi_{110} + 1.31 \Pi_{1\bar{1}0} + 1.73 \Pi_{001} \quad (36)$$

und daraus auch die Gestaltparameter λ und R nach Gleichung (19) und (20).

2.3.2.2. Einfluß der Defektverteilung

Für die Defektverteilung gibt es verschiedene Spezialfälle, die uns hier interessieren:

a) zufällig verteilte Defekte

Dies entspricht im übertragenen Sinn einem "weißen Rauschen", das durch eine konstante Frequenzverteilung charakterisiert ist. Analog ist die Fouriertransformierte c_q eine Konstante:

$$|c_q|^2 = c (1 - c) \quad \text{oder} \quad (37)$$

$$|c_q|^2 = c \quad \text{für } c \ll 1$$

c ist die über den Kristall gemittelte Defektkonzentration.

b) korrelierte Defekte

Nehmen wir an, daß Defektagglomerate vorliegen, so daß jeweils innerhalb eines Volumens mit dem Radius R_c z Defekte homogen verteilt sind und keine Defekte außerhalb der Agglomerate vorliegen, so erhalten wir für eine sonst zufällige Verteilung dieser Agglomerate für $|c_q|^2$ eine Verteilung, wie sie in Abb.5 gezeigt ist. Für kleine q und kleine Defektkonzentrationen erhalten wir den Grenzwert:

$$|c_q|^2 = z c \quad (\text{für } c \ll 1 \text{ und } q R_c \ll 1) \quad (38)$$

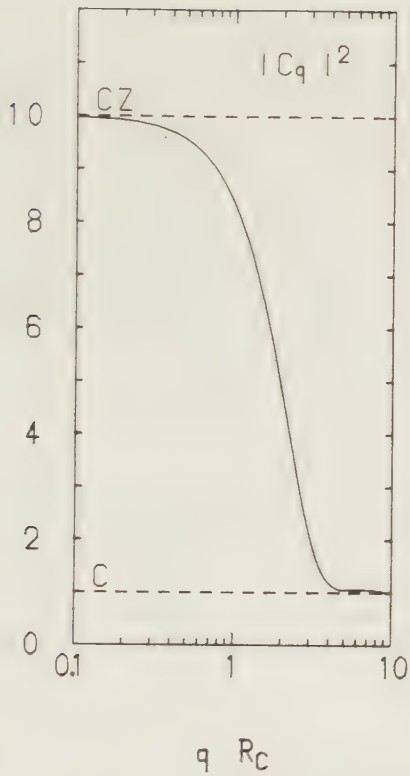


Abb.5 : Fouriertransformierte $|c_q|^2$ für Agglomerate mit dem Agglomerationsgrad z (hier: $z = 10$)

2.3.3. Stokes-Wilson-Streuung

Die für die Huang-Streuung gemachten Annahmen beinhalten kleine Verschiebungen $\underline{K}u \ll 1$. Für $\underline{K}u \gg 1$ sind die Gebiete um den Defekt so stark verzerrt, daß die Streuamplituden außer Phase geraten. Will man die Streuintensität dieser Gebiete berechnen, so wendet man lokal das Bragg-Gesetz an (Trinkaus, 1971) und erhält entsprechend der Häufigkeit einer lokalen Gitterkonstanten und Ebenenorientierung die Streuintensität für die entsprechende Stelle im reziproken Gitter. Man erhält die Streuintensität in Elektroneneinheiten pro Atom zu:

$$I_{SW} = 16 \eta \frac{F^2}{V_c^2} \frac{G}{q^4} \propto \lambda |Q| \quad (39)$$

für $\underline{q}$, $\underline{G}$ und $\underline{q}$ in positiver Richtung für aufweitende bzw. $\underline{q}$ in negativer Richtung für kontrahierende Defekte

in der Näherung für isotropes Verschiebungsfeld.

Charakteristisch für die Stokes-Wilson-Streuung ist die q^{-4} Abhängigkeit.

2.3.4. Reziproker Clusterradius q_0

Liegen im Kristallgitter Agglomerate vor, so wird i.A. das Gebiet um die Agglomerate stark verzerrt sein ($\underline{K}u \sim 1$). In großer Entfernung vom Agglomerat ist das Gitter schwach verzerrt ($\underline{K}u \ll 1$). Der Übergang zwischen beiden Gebieten definiert einen Clusterradius R_0 , der die Größe des stark verzerrten Gebietes angibt:

$$\underline{K} \underline{u}(R_0) = 1 \quad (40)$$

Ein solches System liefert das Streuverhalten von Abb.6.

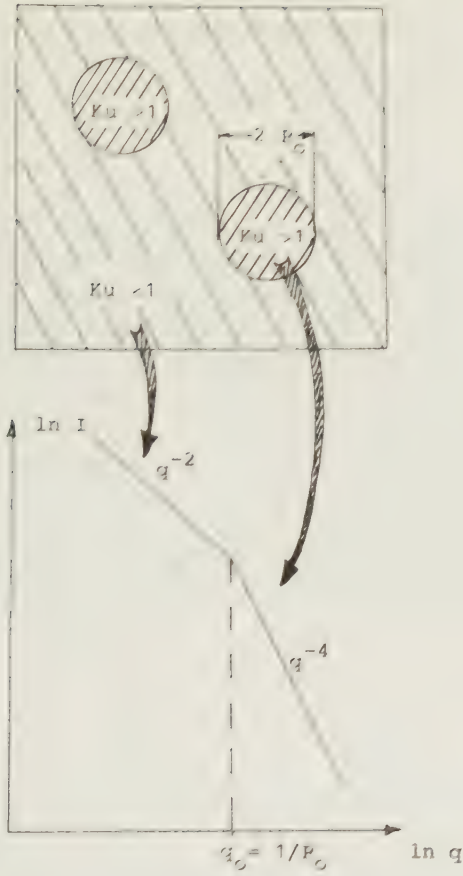


Abb.6 : XDS von einem System mit stark verzerrten Gebieten ($Ku \gg 1$) einheitlicher Größe ($R = R_0$)

Nahe am Reflex beobachten wir Huangstreuung mit dem typischen q^{-2} Verhalten. Bei

$$q_0 = 1/R_0 \quad (41)$$

bricht die Huang-Streuung ab und geht über in die Stokes-Wilson-Streuung mit ihrem q^{-4} Abfall. Damit können wir aus dem Abbrechen der Huang-Streuung den reziproken Cluster-radius, bzw. den Radius der stark verzerrten Gebiete um das Agglomerat bestimmen. Theoretisch ergibt sich, daß die Bestimmung des Clusterradius radial erfolgen muß in der Richtung, in der bei asymmetrischer XDS die erhöhte Streuintensität beobachtet wird.

Benutzt man die Näherungsformeln für die Huang- und Stokes-Wilson-Streuung nach Trinkaus (1972), so können wir das Agglomerationsverhalten z über das Verhalten des reziproken Clusterradius q_0 und des Defektgestaltungsparameters λ beobachten:

$$z \propto \frac{\lambda}{Q q_0^2} \quad (42)$$

2.3.5. Asymmetrie der diffusen Streuung

In der Entwicklung (23) haben wir Terme $O((\underline{K}\underline{u})^2)$ vernachlässigt. Im Produkt

$$I(\underline{K}) = A(\underline{K}) A(\underline{K})^+$$

erhalten wir jedoch Interferenzterme von der Huangstreuamplitude mit diesen vernachlässigten Gliedern, die als antisymmetrischer Anteil der XDS beobachtbar sind. Schreiben wir Gleichung (23) exakt, so erhalten wir:

$$A(\underline{K}) = A_B(\underline{K}) + A_H(\underline{K}) + f \underbrace{\sum_m e^{i\underline{K}\underline{r}_m} (e^{i\underline{K}\underline{u}_m} - 1 - i\underline{K}\underline{u}_m)}_{-\frac{1}{c} f L \quad \text{für } q \rightarrow 0} \quad (43)$$

In der Näherung $q \rightarrow 0$ erhalten wir für den dritten Term in Gleichung (44) im wesentlichen den Statischen Debye-Waller-Faktor L :

$$-L = -\frac{3}{14} (\eta/G)^{3/2} \frac{c}{z} (z \lambda Q)^{3/2} \quad (44)$$

Damit erhalten wir für den antisymmetrischen Anteil der XDS auf Grund von Verzerrungen in Elektroneneinheiten pro Atom:

$$I_{\text{anti}}^V = \frac{3}{4} \frac{F^2}{v_c^2} \frac{G^{3/2}}{q^2} G q \eta^{5/2} c Q (z \lambda Q)^{3/2} \quad (45)$$

Gleichzeitig erhalten wir eine Interferenz der Huangstreuamplitude mit der Laue-Streuung und damit einen zweiten Anteil zur Antisymmetrie der XDS in Elektroneneinheiten pro Atom:

$$I_{\text{anti}}^L = \frac{F^2}{v_c^2} \frac{1}{q^2} G q \frac{f_D - f}{f} c z Q \quad (46)$$

Um den antisymmetrischen Anteil der XDS durch Laue-Streuung berechnen zu können, benötigen wir die Streuamplitude des Defekts. Für die Leerstelle ist $f_D/f = -1$, für das Zwischengitteratom hängt f_D von der Konfiguration ab. Liegt das Zwischengitteratom als Hantel vor, so geht in f_D der Hantelabstand l , die Hantelorientierung und die Lage des Hantelschwerpunkts bezüglich des regulären Gitterplatzes ein. Nehmen wir eine Hantellänge $l = 1.9 \text{ \AA}$ (Weigel et al., 1973) an und eine zum Gitterplatz symmetrische Lage, so erhalten wir für die relative Defektstreuamplitude am (440)-Reflex nach Mittelung über äquivalente Hantelorientierungen folgende Werte:

	Hantel		
	$\langle 100 \rangle$	$\langle 110 \rangle$	$\langle 111 \rangle$
f_D/f	-0.69	-1.67	+0.36

Tab.4 : Relative Streuamplitude von ZGA-Hanteln verschiedener Orientierung für den (440)-Reflex

f_D schwankt über einen großen Wertebereich. Ohne die genaue Kenntnis von f_D können wir I_{anti} nicht in Laue- und Verzerrungsanteil separieren und damit auch keine quantitativen Aussagen treffen. Wir können lediglich Abschätzungen über die richtige Größenordnung machen.

3. EXPERIMENTELLES

3.1. Meßaufbau

Die Meßanordnung zeigen wir in Abb.7. Röntgenquelle ist eine 6 kW-Drehanodenanlage der Firma Rigaku Denki. Die verwendete Fokusgröße ist $0.1 \times 8 \text{ mm}^2$ unter einem Abstrahlwinkel von 6 Grad. Wir benutzten Cu-Strahlung, aus der wir mit einem Quarz-Kristall ($2\theta = 26.7^\circ$, $(10\bar{1}1)$ -Reflex) die K- α_1 -Linie aussonderten. Aus Intensitätsgründen verwendeten wir einen gebogenen Monochromator nach Johannson (1933) mit einem Krümmungsradius der Netzebenen von 2 m. Die Probe sitzt auf einem Siemens-Goniometer (Typ F mit Omega-Antrieb), das über Schrittmotoren und Mikroprozessor automatisch betrieben werden kann. Zum Registrieren der gestreuten Röntgenstrahlung verwendeten wir Szintillationszähler (Firma Bicron) und die übliche Zähl-Elektronik (Linearverstärker, Diskriminator, Ratemeter, Hochspannungsversorgung der Firma Wenzel).

Dateneingabe für die Steuerung des Versuchsablaufs und die Ausgabe erfolgten über eine Teletype mit Lochstreifenstanzer. Mit Hilfe eines Schreibers wurde Symmetrie und Breite der Braggreflexe überprüft, um die Güte der Justierungen zu kontrollieren. Zwischen Aperturblende und Probe befindet sich eine Streufolie, die einen Teil der Primärintensität in einen Monitorzähler streut, so daß Intensitätsschwankungen erfaßt und korrigiert werden können.

Da die Justierungen empfindlich sind auf Schwankungen der Raumtemperatur, wird diese mit einer Klimaanlage auf $\pm 1^\circ\text{C}$ konstant gehalten.

Die Probe sitzt in einem Helium-Durchflußkryostat (Details siehe Grasse, 1980), wo sie bis auf 4 K abgekühlt werden kann. Unsere Meßtemperatur lag bei 12 K.

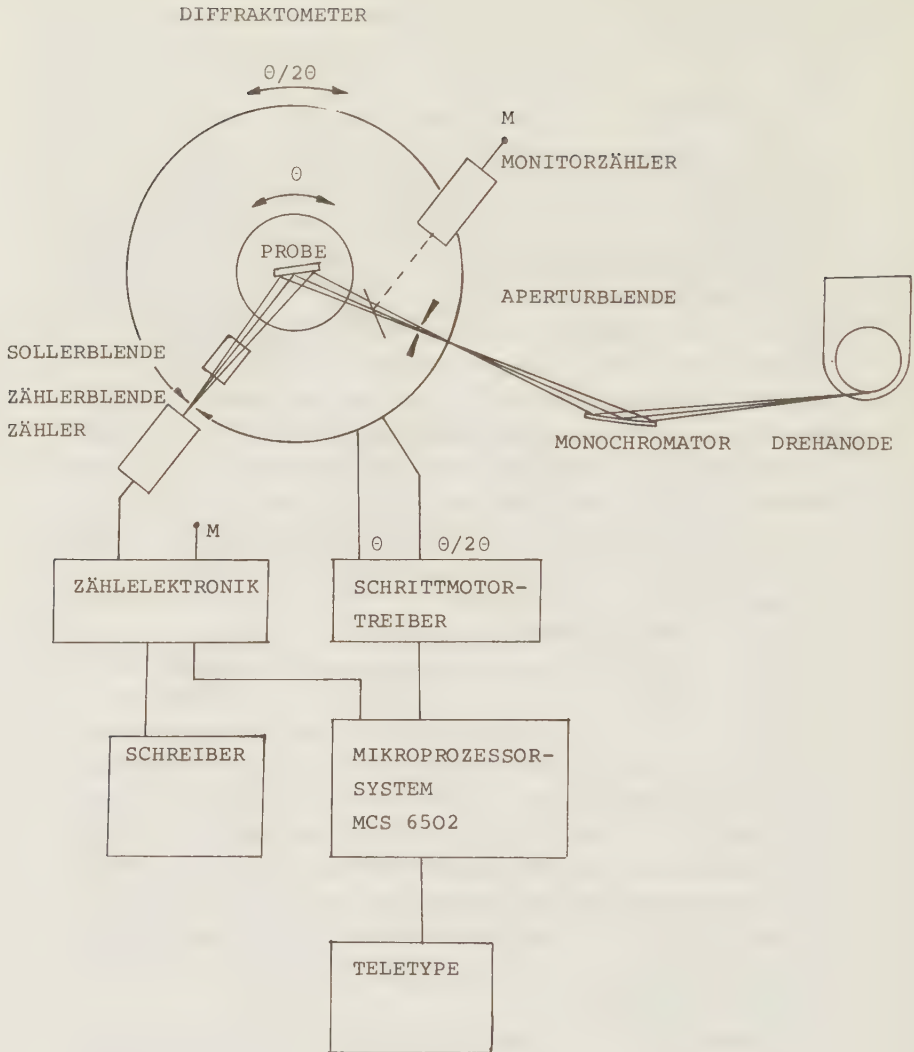


Abb.7 : Meßaufbau

3.1.1. Radiale und angulare Messung

Wir erhalten die gesamte Information der Huangstreuung, wenn wir in Reflexnähe parallel und senkrecht zum reziproken Gittervektor messen. Betrachten wir die Streuebene im reziproken Raum in Polarkoordinaten, so interessieren uns die radiale und die angulare Richtung.

Wir messen in angularer Richtung, indem wir die Probe um den Winkel $\Delta\theta$ aus der Reflexposition drehen. Wir messen in radialer Richtung durch eine gekoppelte Drehung von Probe und Zähler: Probe($\Delta\theta$) - Zähler($\Delta 2\theta$), wie es in Abb.8 angedeutet ist.

Durch unsere Schrittmotoren und die Übersetzung im Goniometer waren die kleinsten Schrittweiten festgelegt zu:

1/400 Grad in $\Delta 2\theta$

1/800 Grad in $\Delta\theta$

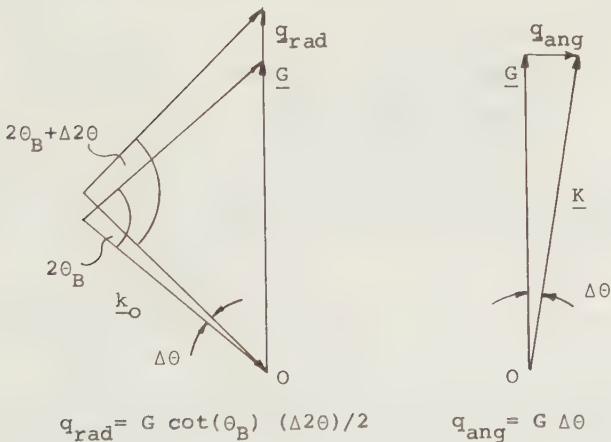


Abb.8 : Skizze für die radiale und angulare Meßrichtung im reziproken Raum

3.1.2. Auflösung

Das Auflösungsvolumen ist durch die verwendete Geometrie und den Wellenzahlvektor $\underline{k}_0$ der Primärstrahlung gegeben (Abb.9). Die Aperturblende AP bestimmt die Divergenz ϵ_0 , mit der die Primärstrahlung auf die Probe fällt und damit die angulare Auflösung. Die radiale Auflösung wird dadurch bestimmt, unter welchen Winkeln δ_0 und δ ein Punkt der Probenoberfläche den Fokus und den Zähler sieht. Die vertikale Divergenz des einfallenden Strahls ist durch die Fokushöhe (8 mm) und den Abstand Fokus - Probe (ca. 2 m) auf $\phi_0 = 0.5^\circ$ begrenzt, die vertikale Divergenz des gestreuten Strahls durch Sollerblenden auf $\phi = 1^\circ$. Der Abstand Fokus-Bild und Zähler zur Probe ist 170 mm. Mit der Fokusbreite von 0.1 mm und der Zählerblende 0.4 mm ergeben sich die Divergenzen $\delta_0 = 0.03^\circ$ und $\delta = 0.13^\circ$. Die Aperturblende erlaubt eine Divergenz von $\epsilon_0 = 0.25^\circ$.

Damit erhalten wir folgende Dimensionen des Auflösungs-
volumens:

$$\begin{aligned}\Delta q_{\text{ang}} &= \epsilon_0 \cdot G &= 0.029 \text{ 1/\AA} \\ \Delta q_{\text{rad}} &= (\delta_0 + \delta) \cdot k_0 \cdot \cos &= 0.012 \text{ 1/\AA} \\ \Delta q_{\text{vert}} &= (\phi_0 + \phi) \cdot k_0 &= 0.142 \text{ 1/\AA}\end{aligned}$$

Die relativen Größenverhältnisse sind in Abb.10 dargestellt.

Bild des
Fokus

Zähler

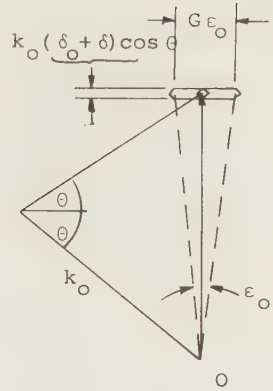
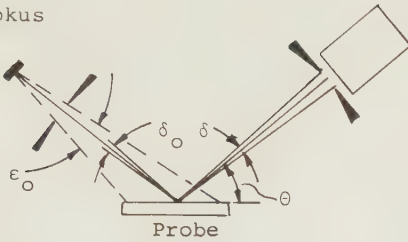


Abb.9 : Divergenzen und Auflösung der verwendeten
Meßanordnung

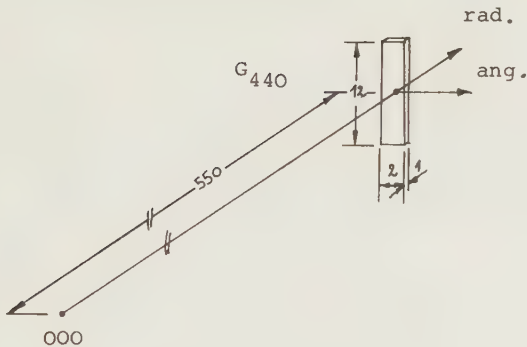


Abb.10 : Relative Größenverhältnisse für das verwendete
Auflösungsvolumen im reziproken Raum

3.1.3. Auflösungskorrektur

Messen wir die Huangstreuung mit einem endlichen Auflösungsvolumen, so werden wir i.A. eine modifizierte q^{-2} Abhängigkeit messen. Wir werden sehen, daß in unserem Fall die Huangstreuintensität am (440)-Reflex in allen Richtungen etwa gleich groß ist. Wir vernachlässigen deshalb die Winkelabhängigkeit und nehmen eine Streuverteilung

$$I_H \propto \frac{1}{q^2}$$

an. Unser Auflösungsvolumen ist in vertikaler Richtung viel ausgedehnter als radial und angular. Wir integrieren daher bei der Messung im wesentlichen in vertikaler Richtung. Wir erhalten

$$I_{\text{Aufl}} \propto \frac{1}{q} \arctan \frac{\Delta q_{\text{vert}}}{q} = \frac{\Delta q_{\text{vert}}}{q^2} \quad (47)$$

als erwarteten Verlauf für die gemessene Huangstreuung (Abb.11). Numerische Integration über das Auflösungsvolumen für die gegebene Streuverteilung ergab nur unwesentliche Korrekturen gegenüber Gleichung (47).

Die Meßpunkte in Abb.13 zeigen, wie weit der gemessene Verlauf der Huangstreuung durch Gleichung (47) beschrieben wird. $\Delta q_{\text{vert}}/G = 2.2 \times 10^{-2}$ ist dabei nicht angepaßt, sondern der Streugeometrie entnommen.

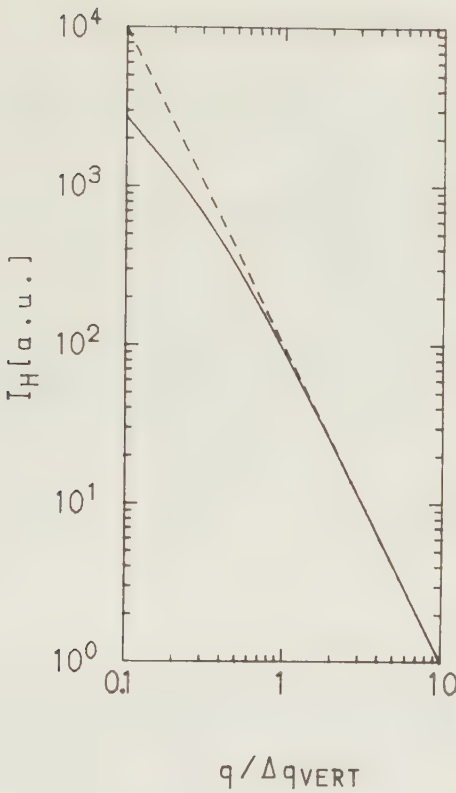


Abb.11 : Einfluß der Auflösung auf die Huangstreuintensität I_H :

- - q -Abhängigkeit von I_H bei unendlich guter Auflösung
- q -Abhängigkeit von I_H bei der von uns verwendeten Auflösung und der uns vorliegenden Streuverteilung

3.1.4. Differenzmessung

Da wir die XDS von bestrahlter und unbestrahlter Probe miteinander vergleichen, eliminieren sich die meisten Unsicherheiten, die bei einer Absolutmessung auftauchen (Untergrund, Streustrahlung, Fluoreszenz).

Um den Untergrund unter der Huangstreuung gering zu halten, haben wir bei 12 K gemessen und so die Thermisch Diffuse Streuung (TDS) weitgehend unterdrückt. Damit erhalten wir bei $q/G = 0.023$ ein Signal/Rausch-Verhältnis von 10:1 gegen 1:1 bei einer 300 K-Messung (Probenreihe D253).

Wir müssen besonders beachten, daß keine Oberflächeneffekte unsere Messungen verfälschen. Angeschliffene, ungeätzte Oberflächen geben starke zusätzliche XDS. Deshalb haben wir vor den Messungen die Proben abgeätzt (ca. 0.1 mm) und auch nach vollständiger Ausheilung durch Ätzen getestet, ob die XDS unverändert blieb.

3.1.5. Absolutintensitäten

Für die Umrechnung der Streuintensität in absolute Einheiten wurde die Streuintensität einer amorphen Probe (Polystyrol) bei gleicher Streugeometrie gemessen (Sparks und Borie, 1966). Wir berücksichtigten die notwendigen Korrekturen für die effektive Eindringtiefe und Abschattungseffekte für das relativ wenig absorbierende Polystyrol. Korrekturen für die Polarisierung der Primärstrahlung heben sich auf, wenn wir Eichstreuer und Probe beim gleichen Winkel $2\theta_B$ ($2\theta_B = 106^\circ$) messen.

Die Intensität der XDS in Elektroneneinheiten pro Atom ergab sich am (440)-Reflex zu

$$I_{\text{eua}} = \frac{Z_{\text{Si}}}{Z_{\text{Po}}} 238$$

wobei Z die Zählraten für Si-Probe bzw. Polystyrol sind.

Bei 5 kW Generatorleistung erhielten wir

$z_{po} = 2 \text{ Imp./s}$ mit

$z_{U1} = 0.1 \text{ Imp./s}$ Untergrund bei ausgeschaltetem
Röntgenstrahl

$z_{U2} = 0.2 \text{ Imp./s}$ Untergrund bei angeschaltetem
Röntgenstrahl und leerem
Probenhalter

Alle benötigten Zahlenwerte wurden den International Tables
for X-Ray Crystalloraphy (1968) entnommen.

3.2. Proben

Die verwendeten Siliziumkristalle stammen von der Firma Wacker - Chemitronic, Burghausen. Sie sind zonengezogen und von der Qualität Waso, d.h. versetzungsfrei und Sauerstoffgehalt < 1 ppm.

Die Proben stammen von vier verschiedenen Stäben mit folgenden Widerstandswerten:

Probe	Typ	Dotierung	Widerstand [Ω cm]	Fremdatom- konzentration
LB	p	B	6300	$1 \cdot 10^{-10}$
HB	p	B	.004	$5 \cdot 10^{-4}$
LP	n	P	3800	$1 \cdot 10^{-9}$
HP	n	P	.06	$3 \cdot 10^{-6}$

Tab.5 : Probenspezifikationen⁺

Infrarot-Untersuchungen an den hochohmigen Proben ergaben folgende Fremdatom-Konzentrationen:

Fremdatomkonzentration [cm^{-3}]		
Fremdatom	Probenmaterial	
	LB	LP
B	$7.7 \cdot 10^{12}$	$1.4 \cdot 10^{12}$
P	$5.4 \cdot 10^{12}$	$2.8 \cdot 10^{12}$
O	$< 5 \cdot 10^{14}$	$2.6 \cdot 10^{15}$
C	$< 5 \cdot 10^{15}$	$< 5 \cdot 10^{15}$
keine sonstigen Infrarot-Banden		

Tab.6 : Fremdatomkonzentrationen⁺

Aus den $[111]$ -gezogenen Stäben wurden mit einer Diamantsäge $[110]$ -orientierte Scheiben herausgesägt, und aus diesen mit einer Drahtsäge rechteckige Proben ($15 \times 5 \times 1 \text{ mm}^3$) mit $[1\bar{1}0]$ - und $[001]$ -orientierten Kanten präpariert. Auf einem Goniometer orientierten wir die Probenoberfläche auf $\pm 0.2^\circ$ genau. Nach dem Schleifen und Polieren ätzten wir die Kristalle in CP4 etwa 5 Minuten bei 40°C .

+) Wir danken Herrn T.Mladenovic von der Fa. Siemens für die Analyse des Ausgangsmaterials

3.3. Bestrahlung

3.3.1. Elektronenbestrahlung

Die Elektronenbestrahlungen wurden am Beschleuniger der GSF in Neuherberg durchgeführt. Die Bestrahlungsparameter waren wie folgt:

Energie	2.9 MeV
Stromdichte	10 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$
Zeit	16 Stunden
Dosis	$2.8 \cdot 10^{19} \text{ e}/\text{cm}^2$
Temperatur	70°C
(Kühlung durch Gebläse)	

Tab.7 : Daten zur Elektronen-
Bestrahlung

Die Probenabmessungen waren $15 \times 5 \times 0.3 \text{ mm}^3$, die bestrahlte Fläche $10 \times 5 \text{ mm}^2$.

3.3.2. Neutronenbestrahlung

Die Neutronenbestrahlungen wurden im FRM Garching durchgeführt. Die Bestrahlungsbedingungen sind in Tabelle 8 aufgeführt:

Kennung	Dosis 10^{18} n/cm^2	Zeit h	Fluß _{th} 10^{13} $\text{n/cm}^2\text{s}$	Fluß _{res} 10^{11} $\text{n/cm}^2\text{s}$	Fluß _{äsp} 10^{12} $\text{n/cm}^2\text{s}$
BO25	2.53	287	1.61	3.9	2.5
CO88	8.78	98	3.4	20.	24.
DO92	9.24	97	3.5	25.	26.6
E190	19.0	218	3.1	23.	24.2
D253	25.3	265	3.5	25.	26.6
C316	31.6	252	4.1	33.	34.8

Die Gamma-Dosisleistung beträgt in

Kernmitte	6.5×10^8 rad/h
Klappzelle	2.0×10^8 rad/h

Tab.8 : Daten zur Neutronenbestrahlung

Die Bestrahlung BO25 erfolgte am Rand des Reaktorkerns in einer Klappzelle, die anderen Bestrahlungen in einer Position im Kern. Bei den Bestrahlungen BO25, DO92, E190 und D253 waren die Proben in Wasserkontakt, um eine Aufheizung auszuschließen. Unterschiedliche Buchstaben in der Kennzeichnung der Bestrahlungsreihe geben unterschiedliche Bestrahlungsperioden an. Nach jeder Periode erfolgt ein Umbau des Kerns, so daß sich die Flüsse an der Bestrahlungsposition ändern und auch relative Dosisvergleiche erschwert sind.

3.4. Temperung

Die Proben werden zum Tempern aus dem Probenhalter ausgebaut, in ein Quarzschiffchen gelegt und in ein evakuierbares Quarzrohr geschoben. Bei einem Druck $p < 10^{-5}$ Torr wird das Quarzrohr in einen vorgeheizten Ofen geschoben. Mit einem Thermoelement in der Nähe der Probe können wir die Aufheizung verfolgen. Nach ca. 10 Minuten ist die Solltemperatur erreicht. Die Temperzeit beträgt weitere 15 Minuten. Danach wird das Quarzrohr wieder aus dem Ofen genommen und geöffnet, wenn die Temperatur unter 150°C abgesunken ist.

Tempern in Helium-Atmosphäre bei 100 Torr sowie in Luft bei 10^{-2} Torr ergab oberhalb 600°C eine Änderung der diffusen Streuintensität, die anscheinend von einer Oberflächenschicht herrührte.

4. MESSERGEBNISSE

4.1. Diffuse Röntgenstreuintensität nach Bestrahlung

Nach Neutronenbestrahlung beobachten wir in der Umgebung der Braggreflexe starke diffuse Streuintensität. Abb.12 zeigt die diffuse Streuintensität der Probe HP-E190 nach Bestrahlung und nach vollständiger Ausheilung. Wir haben die Messung am (440)-Reflex mit $\text{Cu-K}\alpha_1$ -Strahlung durchgeführt ($2\theta_B = 106.8^\circ$), der Maßstab der vertikalen Achse entspricht: Zählimpulse/200 s Meßzeit.

Die ausgeheilte, defektfreie Probe zeigt einen weitgehend konstanten diffusen Untergrund (ca. 60 Imp./200 s), wobei die Nullmessung mit leerem Probenhalter bereits einen Null-effekt von 40 Imp./200 s ergab. Am Braggreflex steigt die Intensität auf 10^5 Imp./s an. Da bei 12 K gemessen wurde, spielt die Thermisch Diffuse Streuung nur unmittelbar am Reflex eine Rolle.

Nach Bestrahlung sehen wir eine deutliche Zunahme der XDS in den Flanken des Braggreflexes. Bei $\Delta 2\theta = \pm 1^\circ$ nimmt die Streuintensität um einen Faktor 40 zu.

Die Defektstreuung erhalten wir als Differenz der diffusen Streuintensitäten zwischen bestrahlter und ausgeheilter Probe. Abb. 13, 14 und 15 zeigen den symmetrischen und antisymmetrischen Anteil der Defektstreuung. Die Intensität ist mit Hilfe eines Polystyrol-Eichstreuers in Elektroneneinheiten pro Atom umgerechnet (eua : electron units per atom). Die Fehlerbalken berücksichtigen nur die Meßstatistik. Abb.13 zeigt die Defektstreuung in radialer Richtung. Nahe am Reflex erkennen wir den Huangbereich. Die XDS zeigt eine durch Auflösungseffekte (Abschnitt 3.1.3.) modifizierte q^{-2} Abhängigkeit, die bei $q_0 = 0.15 \text{ 1/\AA}$ abbricht und in die q^{-4} Abhängigkeit der Stokes-Wilson-Streuung übergeht.

Wir zeigen in Anhang C, daß das Abbrechen der Huangstreuung tatsächlich vom Übergang zum Stokes-Wilson-Bereich herrührt und nicht von Korrelationen in der Defektkonzentration c_q .

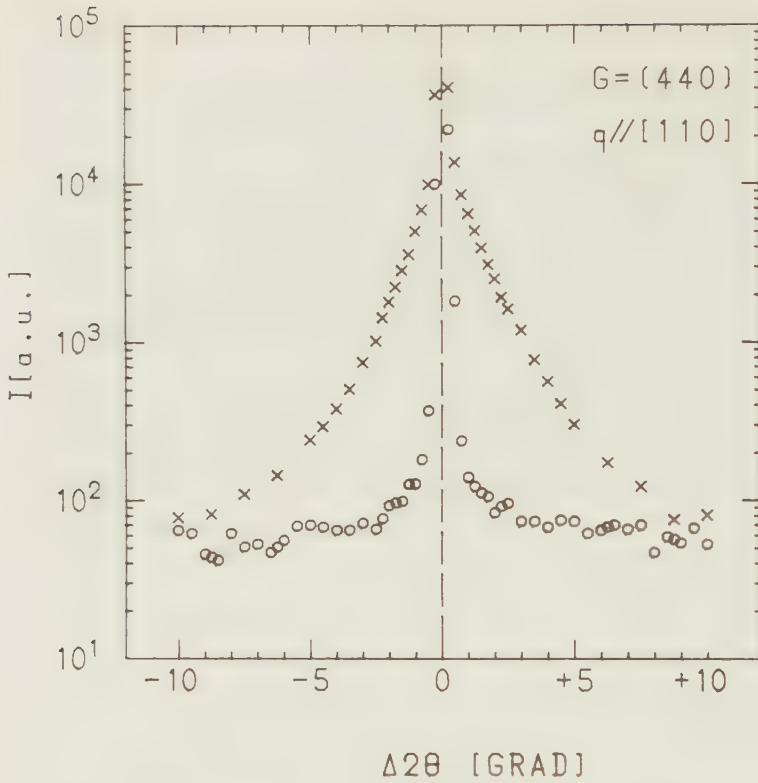


Abb.12 : Diffuse Streuintensität der Probe HP-E190

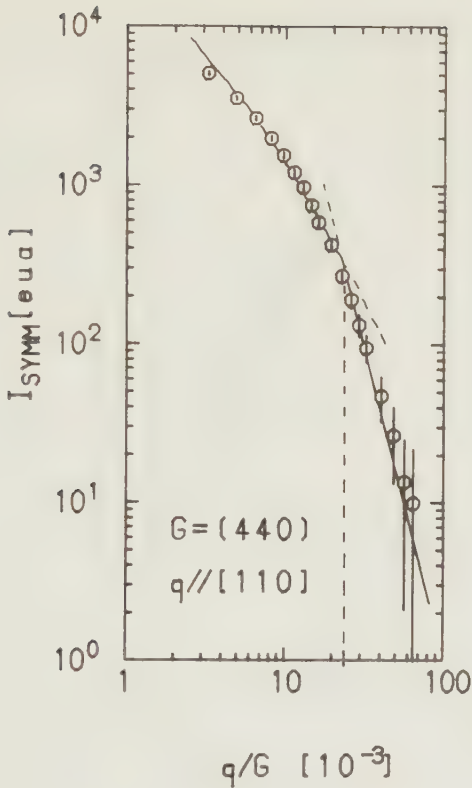


Abb.13 : Intensität des symmetrischen Anteils der XDS
(radial)
o Probe HP-E190 nach Bestrahlung

Das Auftreten von Stokes-Wilson-Streuung bedeutet, daß bereits nach Bestrahlung Cluster vorliegen. Aus dem Übergang von Huang- zu Stokes-Wilson-Streuung bei q_0 entnehmen wir den Radius der stark verzerrten Gebiete zu $R_0 = 6.7 \text{ \AA}$.

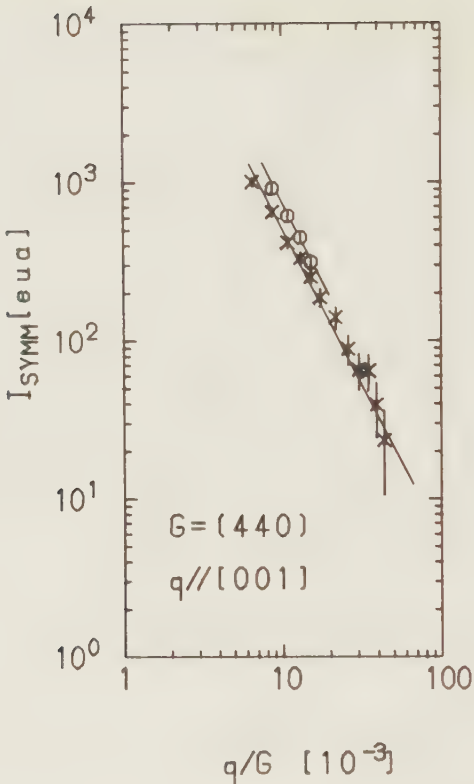


Abb.14 : Intensität des symmetrischen Anteils der XDS
(angular)

- o Probe HP-E190 nach Bestrahlung
- x Probe HP-D253 nach Temperung bei 200°C

Abb.14 zeigt, daß auch angular Huangstreuung auftritt. Dies bedeutet, daß die vorliegenden Defekte nicht kubisch sind. Der Misfittensor weist tetragonale und trigonale Anteile auf. Eine zweite in Abb.14 gezeigte Meßkurve zeigt die XDS einer Probe, deren q^{-2} Abhängigkeit wir weiter hinaus ins

reziproke Gitter verfolgt haben. Angular können wir kein Abbrechen der Huangstreuung feststellen. Als Minimalwert für q_0 können wir $q_0 < 0.25 \text{ 1/\AA}$ angeben.

Abb.15 zeigt den antisymmetrischen Anteil der XDS in radialer Richtung. Dieser Anteil ist positiv und zeigt den erwarteten q^{-1} Abfall. Bei großen Werten von q bricht dieses q^{-1} Verhalten ab und geht in einen steileren Abfall über (ca. q^{-4}). Der Abbrechwert $q_1 = 0.13 \text{ 1/\AA}$ liegt dabei niedriger als der Abbrechwert q_0 für die Huangstreuung, wie es auch die Theorie voraussagt.

Da die Asymmetrie der XDS positiv ist, liegen aufweitende Defekte vor, und wir müssen Stokes-Wilson-Streuung und reziproken Clusterradius q_0 in radialer Richtung auf der positiven Reflexseite auswerten (Abschnitt 2.3.3.). Als Hinweis darauf schreiben wir q_0^+ statt q_0 .

Wir vermuten, daß die aufweitenden Defekte Zwischengitteratome sind, also nach Bestrahlung ZGA-Cluster vorliegen.

Wegen Instabilitäten des Röntgengenerators schwanken gemessene und mit Eichstreuer korrigierte Absolutintensitäten um bis zu 20%. Wir haben deshalb Kurzzeitmessungen durchgeführt, um die XDS verschiedener Proben gegeneinander zu vergleichen. Innerhalb von 3 Stunden haben wir die Proben für ein einziges Paar von q -Werten gegeneinander vermessen ($\Delta 2\theta = \pm 0.75^\circ$). Das Ergebnis ist in Tab.9 mit der Probe HP-D253 als Referenz aufgeführt.

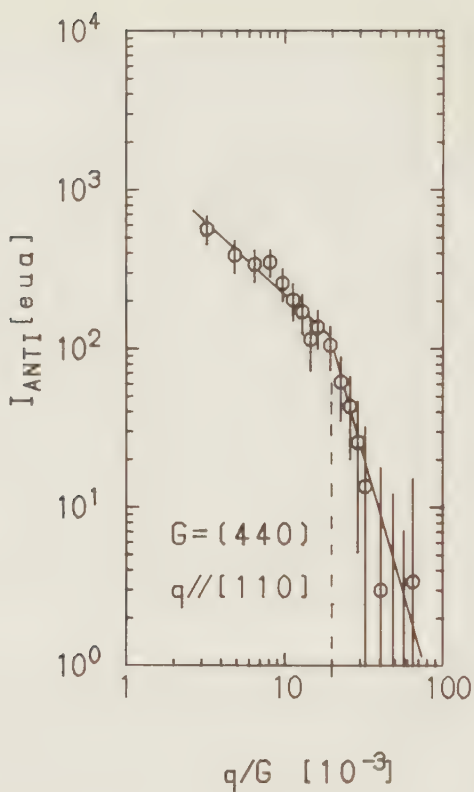


Abb.15 : Intensität des antisymmetrischen Anteils
der XDS (radial)
o Probe HP-E190 nach Bestrahlung

Probe	Dosis			
	BO25	DO92	E190	D253
LB	12%	51%	82%	103% $\pm$ 2%
HB	12%	46%	77%	94%
LP		50%	82%	100%
HP		49%	83%	100%

Tab.9 : Relative Huangintensitäten als Ergebnis von Kurzzeitmessungen

Aus den Werten von Tab.9 schließen wir, daß die Huangstreuung und damit die Defektproduktion in den Proben LB, LP und HP gleich ist, während die Huangstreuung in den HB-Proben nur ca. 93% des Wertes für wenig oder nicht dotierte Proben aufweist. Dies verstehen wir so:

In p-Typ und n-Typ Material kann durch einen unterschiedlichen Ladungszustand der Defekte die Diffusion und Wechselwirkung beeinflußt werden. Da bei Neutronenbestrahlung Kaskaden entstehen, in denen das Fermi-Niveau auf die Bandmitte fixiert ist (Daly und Noffke, 1971), ist die Situation in der Kaskade nach Bestrahlung vom Ferminiveau des Ausgangsmaterials unabhängig. In der HB-Probe wird die Defektproduktion nicht durch das Ferminiveau beeinflußt, sondern durch den Einfang von Zwischengitteratomen an Bor (Abschnitt 6).

Die endgültigen Messungen dauerten pro Probe ca. 50 Stunden. Die Ergebnisse sind in Tab.10 aufgeführt. Alle Intensitäten sind in Elektroneneinheiten pro Atom zu verstehen. Wir sehen, daß auf Grund von Langzeit-Instabilitäten des Röntgenerators die Meßwerte relativ zueinander erheblich stärker schwanken als die Werte der Kurzzeitmessungen.

Probe	I_H $\times q^2$ [1/ $\text{\AA}^2$]	I_{SW} $\times q^4$ [1/ $\text{\AA}^4$]	I_{anti} $\times q$ [1/ $\text{\AA}$]	q_o^+ [1/ $\text{\AA}$]	
	$q//$ [110]	[1 $\bar{1}$ 0]	[001]		
LB-B025	1.67	1.24	.168	3.5	.306
HB-B025	1.62	1.23	.145	-0.7	.301
LB-C088	4.04	1.94	.073	8.2	.136
HB-C088	3.58	1.50	.094	-0.8	.169
LB-D092	4.05	2.43	.106	9.7	.159
HB-D092	4.26	2.52	.112	3.8	.164
LP-D092	4.74	2.49	.111	10.3	.156
HB-E190	6.64	2.89	.160	13.6	.156
HP-E190	7.61	3.13	.177	15.0	.153
LB-D253	8.03	3.04	.161	17.3	.143
HB-D253	7.80	2.76	.164	11.1	.146
LP-D253	7.86	2.85	.161	18.2	.143
HP-D253	9.16	3.59	.191	20.5	.147
HB-C316	8.77	3.62	.183	-10.0	.136

Tab.10 : XDS nach Neutronenbestrahlung

Aus technischen Gründen konnten wir für jede Probe nur eine angulare Richtung ausmessen. Für die verschiedenen Proben ergab sich in beiden angularen Richtungen die gleiche Dosisabhängigkeit von $I_{\text{rad}}^{\text{H}}/I_{\text{ang}}^{\text{H}}$, so daß sich die Streuintensitäten in den angularen Richtungen $I_{1\overline{1}0}^{\text{H}}$ und I_{001}^{H} über den ganzen Dosisbereich nur um einen konstanten Faktor unterscheiden:

$$I_{1\overline{1}0}^{\text{H}} = 1.20 I_{001}^{\text{H}}$$

Das Verhältnis der angularen zur radialen Huang-Streuintensität wird durch die Dotierung nicht beeinflusst. Auch für die Stokes-Wilson-Streuung läßt sich innerhalb der Fehlergrenzen kein systematischer Einfluß durch die Dotierung erkennen. Für q_0^+ zeigt sich eine leichte Erhöhung für die HB-Proben, dagegen liegt I_{anti} für HB-Proben deutlich niedriger als für die undotierten Proben.

Die Werte der Kurzzeitmessungen (Tab.9) geben uns die Möglichkeit, die Intensitäten der Langzeitmessungen (Tab.10) auf die genauer gemessenen Intensitätsverhältnisse zu korrigieren. Wir mitteln jeweils über die Proben einer Dosisreihe, wobei wir berücksichtigen, daß die HB-Proben nur 93% der Huangstreuintensität der nicht oder wenig dotierten Proben liefern. Wir geben in Tab.11 nur noch die Werte für undotiert (LB) und dotiert (HB) an.

Der Korrekturfaktor für die Dosen C088 und C316 ist willkürlich gleichgesetzt mit dem für die Dosis D253. Die Messungen für die Bestrahlungsreihen C088 und C316 wurden bei 300 K durchgeführt. Der hohe Untergrund durch die Thermisch Diffuse Streuung (ca. 50% der Huangstreuung bei $q = q_0^+$ für die Probe HB-C316) bedingt bei diesen Messungen eine erheblich größere Unsicherheit bei den Meßwerten, speziell bei den relativ geringen Streuquerschnitten von I_{SW} und I_{anti} , so daß wir diese Werte im weiteren unberücksichtigt lassen.

Probe	Korr. Fakt.	I_H $\times q^2$ [1/ $\text{\AA}^2$]			I_{SW4} $\times q^4$ [1/ $\text{\AA}^4$]	I_{anti} $\times q$ [1/ $\text{\AA}$]	q_O^+ [1/ $\text{\AA}$]
		$q//$					
		[110]	[1 $\bar{1}$ 0]	[001]			
LB-B025	0.652	1.11	0.83	0.69	.102	2.3	.300
HB-B025						-0.5	
LB-C088	1.11	4.83	1.98	1.65			
LB-D092	1.041	4.63	2.64	2.20	.114	10.4	.158
HB-D092						4.0	.164
LB-E190	1.033	7.61	3.86	3.22	.174	15.5	.153
HB-E190						14.0	.156
LB-D253	1.111	9.29	4.46	3.72	.188	20.7	.144
HB-D253						12.3	.146
LB-C316	1.11	10.48	5.18	4.32			

Tab.11 : XDS nach Bestrahlung, korrigiert auf die
Intensitätsverhältnisse von Tab.9

4.2. Gitterkonstantenänderung

Wir haben die Gitterkonstantenänderung nach Bond (1960) gemessen. Die Ergebnisse sehen wir in Tab.12 . Die Meßwerte stimmen innerhalb der Fehlergrenzen mit den genaueren Messungen von Chelyadinskii (1976) überein.

Die Gitterkonstantenänderung durch Dotierung stimmt überein mit dem Wert von Horn (1955).

Die Gitterkonstantenänderung der HB-Proben nach Neutronenbestrahlung zeigt den gleichen Dosisverlauf wie die Proben LB, LP und HP, ist jedoch um $\Delta a/a = -10 \times 10^{-5}$ ($\pm 20\%$) versetzt.

Tab.12 und Abb.16 zeigen unsere Meßergebnisse und die interpolierten Werte von Chelyadinskii :

Dosis	$\Delta a/a$ [10^{-5}]			
	unsere Werte		Chelyadinskii	
	Proben		Proben	
	LB,LP,HP	HB	hochrein	
n-bestr.				
B025	3 ± 3	-8 ± 3	1.8	± 0.4
C088	3	-9	4.2	
D092	4	-4	4.3	
E190	7	-1	5.7	
D253	9	-3	6.4	
C316			7.0	
e ⁻ -bestr.	-1	-11		
B-dotiert		-18 ± 2	-17.5	(Horn)

Tab.12 : Gitterkonstantenänderung (relativ zum unbestrahlten, undotierten Kristall)

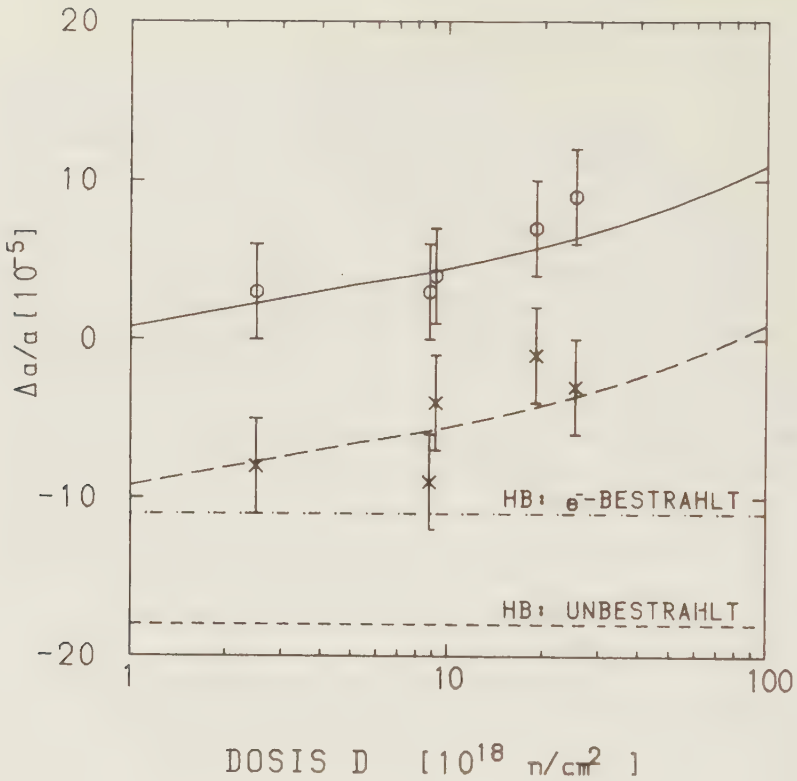


Abb.16 : Gitterkonstantenänderung $\Delta a/a$ durch Neutronenbestrahlung

- o LB-Proben
- x HB-Proben
- interpolierte Werte nach Chelyadinskii (1976) für LB-Proben
- dito, verschoben als Fit für die HB-Proben Elektronenbestrahlung
- HB-Proben
- Dotierung
- HB-Proben

5. AUSWERTUNG FÜR UNDOTIERTE PROBEN

5.1. Abschätzen der Defektkonzentration

Einen Anhaltspunkt für die Größe der Defektkonzentration c und deren Dosisabhängigkeit erhalten wir aus der Gitterkonstantenänderung und deren Dosisabhängigkeit.

Wir beziehen uns hier auf die Messungen von Chelyadinskii (1976), der die Gitterkonstantenänderung über einen Dosisbereich von $D = 7 \cdot 10^{17}$ bis $4 \cdot 10^{19}$ n/cm² verfolgt hat (Abb.19). Ein Versuch, für die gemessene Gitterkonstantenänderung eine empirische Formel anzugeben, führt uns auf:

$$\Delta a/a = \begin{cases} 7.72 \cdot 10^{-6} (D/D_0)^{0.92} & \text{für } (D/D_0) < 5 \\ 1.81 \cdot 10^{-5} (D/D_0)^{0.39} & \text{für } (D/D_0) > 5 \end{cases} \quad (48)$$

mit der Referenzdosis $D_0 = 10^{18}$ n/cm²

Nehmen wir an, daß die Volumenaufweitung pro Defekt dosisunabhängig ist, so gilt für den ganzen Dosisbereich:

$$c \propto \Delta a/a$$

Den Proportionalitätsfaktor können wir aus dem linearen Bereich von $\Delta a/a$ für Dosen unterhalb $D = 5 \cdot 10^{18}$ n/cm² bestimmen. Dort gilt ungefähr nach Gleichung (48):

$$\Delta a/a \approx 6.8 \text{ barn } D$$

Da die Defektproduktion praktisch nur durch die schnellen Neutronen bewirkt wird (Abschnitt 2.1.2.), gilt andererseits:

$$c = \sigma N_{DK} D \quad (49)$$

mit σ elast. Streuquerschnitt für schnelle Neutronen
 $\sigma = 3$ barn (Stein, 1967; Dannefaer et al, 1976;
 Dolgolenko et al, 1978)

N_{DK} Anzahl der Frenkelpaare pro Kaskade

$N_{DK} = 200 \pm 50\%$ (Cheng und Lori, 1968: $N_{DK} = 150 \dots 300$)
 (Swanson et al, 1971 : $N_{DK} = 100$)

Damit erhalten wir für niedrige Dosen

$$c = 600 \text{ barn } D$$

bzw.

$$c = 88 \Delta a/a \quad (50)$$

für den ganzen Dosisbereich. Der Proportionalitätsfaktor in Gleichung (50) ist mit einer Unsicherheit von ca. 50% behaftet, wenn wir die breite Streuung der Literaturwerte berücksichtigen.

5.2. Abschätzen des Agglomerationsgrads der Leerstelle

Aus IR-Messungen erhält man die Konzentration der Doppel-leerstellen V_2 , die bei niedrigen Bestrahlungsdosen ($D = 10^{16} \text{ n/cm}^2$) den Leerstellendefekt repräsentieren (Dannefaer et al, 1976). Für niedrige Dosen gilt also $z_v = 2$.

Newman und Totterdell (1975) haben über einen weiten Dosisbereich $D = 10^{15}$ bis 10^{19} n/cm^2 die V_2 -Konzentration gemessen. Dabei fällt auf (Abb.17), daß die V_2 -Konzentration bei geringerer Bestrahlungsdosis sättigt als die Frenkelpaar-Konzentration, die proportional ist zur Gitterkonstantenänderung. Wir nehmen an, daß die integrale LS-Konzentration wie $\Delta a/a$ geht, der Anteil der Doppelleerstellen an den LS-Agglomeraten jedoch zurückgeht.

Bei höheren Dosen $D > 10^{18} \text{ n/cm}^2$ beobachtet man in der EPR das P3-Zentrum, das von einer Viererleerstelle V_4 stammt. Da nach Bestrahlung in der EPR kein weiteres Leerstellen-Agglomerat sichtbar ist, nehmen wir an, daß sich nach Bestrahlung die Leerstellen nur auf Zweier- und Vierer-Agglomerate verteilen. Aus Abb.17 erhalten wir dann für jede Dosis die relativen Anteile der Zweier- und Viererleerstellen.

Liegen Agglomerate verschiedener Größe vor, so geht in die Huangstreuung ein mittlerer Agglomerationsgrad z ein, der definiert ist durch:

$$z = \frac{\sum_j z_j c_j}{\sum_j c_j} \quad (51)$$

j Summe über die verschiedenen Größen der Agglomerate

z_j Agglomerationsgrad

c_j Anzahl der Defekte im Agglomerat der Größe z_j

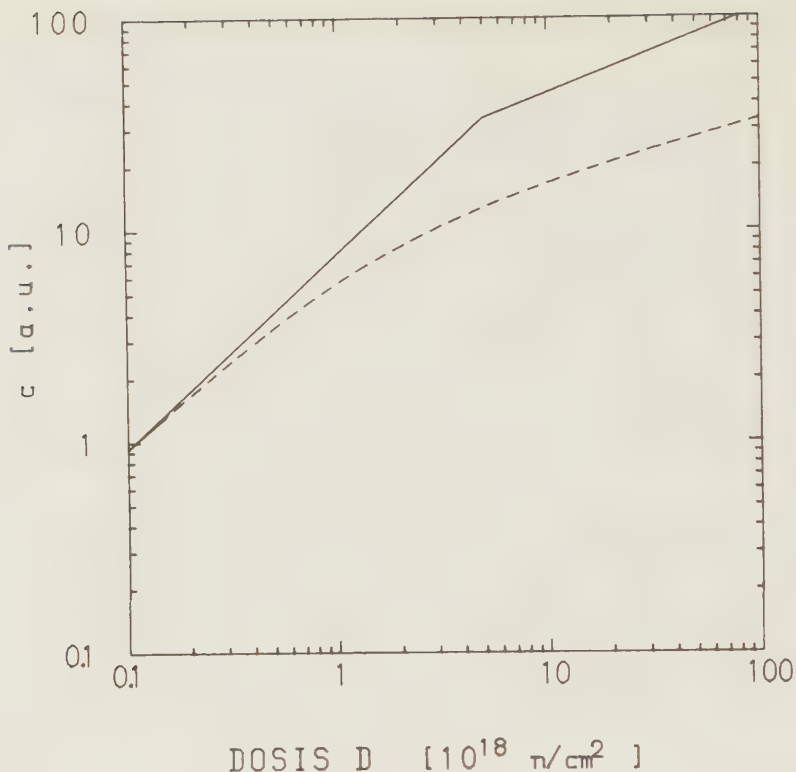


Abb.17 : Dosisabhängigkeit der

- integralen Leerstellen-Konzentration c_V
 $c_V \propto \Delta a/a$ (Messung von Chelyadinskii, 1976)
- - Konzentration der LS in Doppelleerstellen $2 c_{V_2}$
 $c_{V_2} \propto$ IR-Absorptionskoeffizient bei $1.8 \mu\text{m}$
 (Newman and Totterdell, 1975)

Da bei niedriger Dosis alle LS in Zweieragglomeraten vorliegen, sind die Kurven so normiert, daß sie bei der Dosis $D = 10^{17} \text{ n/cm}^2$ zusammenfallen.

Wir erhalten für den mittleren Agglomerationsgrad der LS:

Dosis	z
BO25	2.9
CO88	3.1
DO92	3.1
E190	3.2
D253	3.2
C316	3.3

Tab.13 : Mittlerer Agglomerationsgrad
der Leerstelle

5.3. Auswertung für einen mittleren Defekt

Wir werten zunächst die Meßwerte der XDS mit Hilfe der Gleichungen (21), (35), (38) und (39) aus unter der Annahme, es liege nur ein einziger Defekttyp vor. Die Parameter, die wir dann erhalten, definieren den mittleren Defekt (Index M):

$$\left. \begin{aligned} c_M z_M Q_M^2 &:= \sum_i c_i z_i Q_i^2 &:= B \\ c_M \lambda_M |Q_M| &:= \sum_j c_j \lambda_j |Q_j| &:= A\lambda \end{aligned} \right\} \text{XDS} \quad (52)$$

$$c_M Q_M := \sum_i c_i Q_i := C \quad \Delta a/a$$

Die Summation i läuft über alle Defekttypen, die Summation j nur über die stark geclusterten Defekte, die zur Stokes-Wilson-Streuung beitragen. Der Gestaltparameter λ ergibt sich aus dem Verhältnis von radialer und angularer Huang-Streuung (Abschnitt 2.2.5.) zu $\lambda = 0.80$.

Der mittlere Defekt der XDS und der mittlere Defekt der Gitterkonstantenänderung sind nicht notwendig gleich, da jede Meßmethode in unterschiedlicher Weise über mehrere Defekttypen mittelt.

Aus der XDS der neutronenbestrahlten Proben können wir qualitativ folgende Schlüsse ziehen:

- Der mittlere Defekt ist aufweitend (aus I_{anti})
- Für den Misfitensor des mittleren Defekts gilt:
Er hat tetragonale und trigonale Anteile (Differenz der Diagonalelemente $\neq 0$, Außerdiagonalelemente $\neq 0$) (aus I_{ang}^H).
- Der mittlere Defekt ist geclustert mit einem Cluster-radius von ca. $7 \text{ \AA}$ für die Dosis D253 (aus q_0^+).

Probe	c Q/ Ω [10 ⁻³]	
	XDS	$\Delta a/a$
LB-D092	1.6	.13
LB-D253	2.3	.19

Tab.14 : c Q aus XDS und $\Delta a/a$

Quantitativ erhalten wir aus den Meßergebnissen von Tab.11 für c Q die Werte von Tab.14 . Wir sehen, daß sich der Volumenmisfit Q für den mittleren Defekt der XDS und für den mittleren Defekt der Gitterkonstantenmessung um mehr als den Faktor 10 unterscheidet.

Betrachten wir das Gleichungssystem (52), so sehen wir folgendes: In der Gitterkonstantenänderung kompensieren sich Defekte, deren Misfit entgegengesetztes Vorzeichen hat, während in die Huang- und Stokes-Wilson-Streuung der Misfit nur dem Betrag nach eingeht. Damit liefert uns der Vergleich von c Q aus $\Delta a/a$ und XDS:

Es liegen mindestens zwei Defektsorten vor, deren Misfit entgegengesetztes Vorzeichen hat, so daß sich die Volumenaufweitung in der Gitterkonstantenänderung zu ca. 90% kompensiert.

Wollen wir dennoch den Misfit des mittleren Defekts der XDS berechnen, so benötigen wir die Defektkonzentration c. Schätzen wir c nach Formel (50) aus $\Delta a/a$ ab, so erhalten wir für die Dosis D253 folgende Werte:

$$Q_M = 8.0 \text{ \AA}^3$$

$$z_M = 21$$

$$\text{mit } c_M = 5.6 \cdot 10^{-3}$$

Tab.15 : Parameter des mittleren
Defekts für die Dosis D253

Vergleichen wir den Agglomerationsgrad des mittleren Defekts mit dem Agglomerationsgrad der LS $z_V = 3.2$ (Tab.13), so sehen wir, daß das Verhalten des mittleren Defekts nicht durch die LS bestimmt sein kann, also vom Zwischengitteratom dominiert wird. Darauf weist auch die positive Asymmetrie der XDS hin.

5.4. Auswertung für zwei Defektsorten

Als nächster Schritt werten wir für zwei Defektsorten aus:

$$\left. \begin{aligned} c_1 z_1 Q_1^2 + c_2 z_2 Q_2^2 &:= \sum_i c_i z_i Q_i^2 &=: B \\ c_2 \lambda_2 Q_2 &:= \sum_j c_j \lambda_j |Q_j| &=: A\lambda \end{aligned} \right\} \text{XDS} \quad (53)$$

$$c_1 Q_1 + c_2 Q_2 \quad := \sum_i c_i Q_i \quad =: C \quad \Delta a/a$$

Die Summation i läuft über alle Defekttypen, die Summation j nur über die stark geclusterten Defekte, die zur Stokes-Wilson-Streuung beitragen. Der Gestaltparameter λ ergibt sich aus radialer und angularer Huangstreuung (Abschnitt 2.2.5.) zu $\lambda = 0.80$.

Rein formal definieren wir einen mittleren kontrahierenden Defekt (Index 1) und einen mittleren aufweitenden Defekt (Index 2). In diesen beiden Defekten steckt die maximale Information, die wir aus unseren Röntgenmessungen erhalten können. Das Gleichungssystem (53) besteht aus drei Gleichungen für 6 Unbekannte und ist damit unterbestimmt. Jede weitere Einführung neuer Parameter erhöht die Mannigfaltigkeit der Lösungen, so daß es nicht sinnvoll ist, eine Aufgliederung in weitere Defekttypen zu versuchen. Wir werden im Gegenteil die Anzahl der Variablen reduzieren.

Wir identifizieren die Leerstelle mit dem kontrahierenden Defekttyp 1, das Zwischengitteratom mit dem aufweitenden Defekttyp 2. In Nichtmetallen ist die LS nicht notwendig ein kontrahierender Defekt, z.B. weitet die Anionen-Leerstelle in KBr das Gitter auf ($Q/\Omega = +0.7$, Lohstöter et al, 1972). Wir werden in Abschnitt 9. zeigen, daß wir durch Trapping den aufweitenden Defekt als ZGA identifizieren können, unsere Annahme also berechtigt ist.

Auf Grund der paarweisen Produktion können wir

$$c := c_V = c_I \quad \text{setzen,}$$

wobei wir die Annihilation von Defekten an inneren und äußeren Oberflächen vernachlässigen. Damit geht Gleichung (53) über in:

$$\begin{aligned} c z_V Q_V^2 + c z_I Q_I^2 &= B \\ c Q_I &= A \\ c Q_V + c Q_I &= C \end{aligned} \tag{54}$$

mit $\lambda_I \approx \lambda$.

Für die Annahme, daß die Stokes-Wilson-Streuung von beiden Defektsorten stammt, erhalten wir einen unphysikalisch hohen Clusterungsgrad ($z = 42$ bei einem Clusterradius $R_0 = 6.8 \text{ \AA}$ für die Dosis D253), so daß wir diese Möglichkeit ausgeschlossen haben.

Um das Gleichungssystem (54) lösen zu können, müssen wir die Anzahl der Unbekannten von 5 auf 3 reduzieren. Wir verfügen über keine Methode, die Defektkonzentration c direkt zu bestimmen. Auch gibt es in der Literatur keine experimentellen Werte für Q_I oder Q_V . So müssen wir versuchen, z_V und z_I zu bestimmen. Dann erhält das Gleichungssystem (54) eine eindeutige Lösung. Aus Abschnitt 5.2. ist uns z_V bereits bekannt. Die Größe von z_I bestimmen wir im folgenden.

5.5. Wertebereich für den Agglomerationsgrad z_I des Zwischengitteratoms

Den Agglomerationsgrad z_I des Zwischengitteratoms können wir auf folgende Weise eingrenzen:

a) Obergrenze

Aus Tab.11 entnehmen wir für die Dosis D253 den reziproken Clusterradius $q_O^+ = 0.144 \text{ 1/\AA}$ und damit für den Radius des stark verzerrten Gebietes um den Cluster ($Ku \gg 1$) den Wert

$$R_O = 6.9 \text{ \AA}$$

R_O gibt den Radius an, wo das Verschiebungsfeld $u(r)$ auf den Wert

$$u(r=R_O) = 1/G$$

abgefallen ist. Wir überprüften die r -Abhängigkeit des Verschiebungsfelds anhand der (440)-, (660)-, (880)- und (10.10.0)-Reflexe und erhielten eine r^{-2} Abhängigkeit innerhalb von 5% bis auf $R_O = 6.9 \text{ \AA}$ an den Cluster heran. Eine einfache Rechnung im Rahmen der elastischen Kontinuums-theorie (Agglomerat aus z dichtgepackten Kugeln) zeigt eine Abweichung von der r^{-2} Abhängigkeit des Gesamtverschiebungsfeldes von mindestens 20% am Rand des Clusters für $z \approx 15$. Aus dieser Rechnung geht hervor, daß in unserem Fall der Clusterradius R_C , wie er durch die Defektverteilung definiert ist, etwa um einen kovalenten Radius kleiner ist als der Radius des stark verzerrten Gebietes. Damit erhalten wir für den Cluster selbst einen Radius

$$R_C = 6.0 \text{ \AA}$$

bzw. eine Clustergröße von etwa 45 Atomvolumen.

Da in neutronenbestrahltem Silizium keine amorphen Gebiete gebildet werden, bleibt im Cluster die kristalline Struktur erhalten. Das bedeutet, daß das Verhältnis ZGA-Hanteln zu regulären Gitteratomen maximal 1:1 ist, bzw. zwei reguläre Gitteratome pro ZGA (vergleiche z.B. die Struktur des B3-Zentrums, wie sie aus EPR-Messungen von Brower (1976) bestimmt wurde, Abb.18). Wir erhalten damit als Obergrenze für die Anzahl der ZGA pro Cluster:

$$z_{I,max} = 23$$

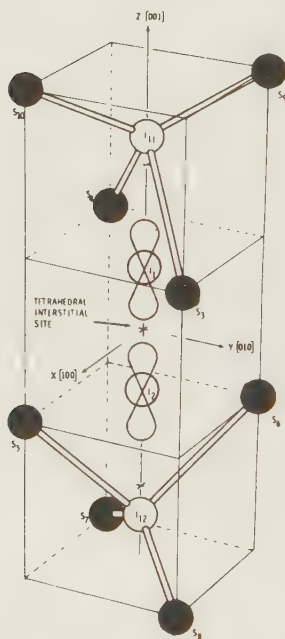


Abb.18 : Struktur eines Doppel-ZGA-Komplexes bestehend aus zwei $\langle 100 \rangle$ -Hanteln nach Brower (1976)

b) Untergrenze

Um eine Untergrenze zu erhalten, untersuchen wir die Verteilung der diffusen Streuintensität. Der Agglomerationsgrad der LS ist etwa 3 (Abschnitt 5.2.), und somit reicht die Huangstreuung der LS weiter hinaus ins reziproke Gitter als die Huangstreuung des stärker agglomerierten ZGA. Wir erhalten damit einen q^{-2} Untergrund von der LS unter der q^{-4} Stokes-Wilson-Streuung des ZGA.

Wir können den LS-Untergrund unter der Stokes-Wilson-Streuung aus der gemessenen Verteilung abschätzen und sehen, daß die Huangstreuung der LS höchstens $1/4$ der totalen Huangstreuung ausmacht. Mit den Werten $Q_I = Q_M$ (Tab.15) und $Q_V = -90\% Q_M$ als Schätzwerte erhalten wir:

$$z_{I,\min} = 4 z_V \quad \text{und damit}$$

$$z_{I,\min} = 12 \quad \text{für die Dosis D253.}$$

Die gesuchten Werte für den Clusterungsgrad von ZGA und LS für die Dosis D253 sind damit:

$$z_V = 3$$

$$z_I = 18 \pm 30\%$$

Setzen wir die Zahlenwerte in das Gleichungssystem (54) ein, so sehen wir, daß der Anteil der LS an der gesamten Huangstreuung etwa 16% beträgt. Dieser LS-Anteil bildet unter der Stokes-Wilson-Streuung des ZGA einen q^{-2} Untergrund. Wir überprüfen nun, inwieweit dieser die Auswertung der XDS beeinflusst.

5.6. Berücksichtigen des Leerstellen-Untergrunds

Das geclusterte ZGA ruft für große q die Stokes-Wilson-Streuung hervor. Die weniger geclusterte LS reicht mit ihrer Huangstreuung weiter ins reziproke Gitter hinaus, so daß unter der Stokes-Wilson-Streuung des ZGA ein q^{-2} Untergrund vorhanden sein sollte.

Betrachten wir unsere Meßwerte im Stokes-Wilson-Bereich näher, so stellen wir fest, daß der gemessene Abfall stets flacher als q^{-4} ist. Wir können nun einen LS-Anteil an der Huangstreuung so fitten, daß die Stokes-Wilson-Streuung des ZGA den gewünschten q^{-4} Verlauf erhält. Das Ergebnis des Fits ist:

- a) Die Huangstreuung der LS beträgt 10 - 20% der gesamten Huangstreuung bei den Dosen D092 und D253.
- b) Die Asymmetrie der diffusen Streuung der LS ist negativ, wie wir es für einen kontrahierenden Defekt erwarten.

Angular beobachten wir in unserem Meßbereich keine Stokes-Wilson-Streuung, so daß wir hier eine Separation von LS- und ZGA-Anteil an der diffusen Streuung nicht durchführen können.

Nach Subtraktion des LS-Anteils erhalten wir für I_{sw} , I_{anti} und q_o^+ die Werte von Tab.17. Die Stokes-Wilson-Streuung erniedrigt sich um ca. 20%, der reziproke Cluster-radius q_o^+ erhöht sich dagegen um ca. 6%.

Den zu subtrahierenden LS-Anteil bestimmen wir so, daß sich Selbstkonsistenz ergibt.

Probe	I_{SW_4} $\times q$ $[1/\text{\AA}^4]$	I_{anti} $\times q$ $[1/\text{\AA}]$	q_o^+ $[1/\text{\AA}]$	$I_{LS}^H /$ I_{tot}^H
LB-B025	0.051	2.1	0.249	28%
HB-B025		-0.5	0.231	25%
LB-D092	0.088	9.7	0.151	17%
HB-D092		4.5	0.162	17%
LB-E190	0.135	15.1	0.144	14%
HB-E190		13.6	0.148	14%
LB-D253	0.145	20.0	0.136	13%
HB-D253		12.8	0.141	13%

Tab.17 : XDS nach Neutronenbestrahlung und LS-Subtraktion (Ausgangswerte Tab.11)

5.7. Volumenänderung durch Zwischengitteratom und Leerstelle aus den Leerstellen-korrigierten Daten

Wir bestimmen unsere Defektparameter auf folgende Weise:
Aus Gleichungssystem (54) erhalten wir aus den Meßwerten die Startwerte für Q_I , Q_V , c und z_I (mit dem festgehaltenen Wert $z_I = 18$ für die Dosis D253). Wir können mit diesen Startwerten den LS-Anteil an der XDS berechnen und die Stokes-Wilson-Streuung entsprechend korrigieren. Mit dem neuen Wert für die Stokes-Wilson-Streuung können wir den nächsten Iterationsschritt in Gleichungssystem (54) vollziehen. Schließlich erhalten wir einen in sich konsistenten Satz von Defektparametern. Für alle Dosen erhalten wir Werte von Q_I und Q_V , die innerhalb der Fehlergrenzen miteinander übereinstimmen. Eine Mittelung liefert uns das Endergebnis:

$$Q_I = 11 \text{ \AA}^3 \quad \pm 30\%$$

$$Q_V = -10 \text{ \AA}^3 \quad \pm 30\%$$

Tab.18 : Volumenänderung pro Defekt
für Zwischengitteratom und Leerstelle

In der Literatur finden wir für die neutrale Leerstelle den theoretischen Wert $Q_V = -12 \text{ \AA}^3$ (Larkins et al, 1971) in guter Übereinstimmung mit unserem experimentellen Wert.

5.8. Dosisabhängigkeit von Defektkonzentration und Agglomerationsgrad des Zwischengitteratoms

Wir können die Dosisabhängigkeit unserer Werte genauer angeben, wenn wir berücksichtigen, daß $c \propto \Delta a/a$, und daß die Dosisabhängigkeit von $\Delta a/a$ von Chelyadinskii (1976) genau gemessen wurde. Wir erhalten die beste Übereinstimmung mit dem Experiment für

$$c = 55 \Delta a/a \quad \text{bzw.} \quad (55)$$

$$c = \begin{cases} 4.25 \cdot 10^{-4} (D/D_0)^{0.92} & \text{für } (D/D_0) < 5 \\ 9.96 \cdot 10^{-4} (D/D_0)^{0.39} & \text{für } (D/D_0) > 5 \end{cases}$$

$$\text{mit der Referenzdosis } D_0 = 10^{18} \text{ n/cm}^2$$

mit Gleichung (48).

Mit den Werten von Q_I und Q_V aus Tab.18 und z_V aus Tab.13 erhalten wir für c und z_I die Werte von Tab.19 und Abb.19 :

Dosis	Information aus				I_{LS}^H / I_{tot}^H
	$\Delta a/a$	I_H	IR-Abs.		
	c [10^{-3}]	z_I	z_V	c_{Cl} [10^{-4}]	
BO25	0.99	6.1	2.7	1.6	28%
CO88	2.3	12.3		1.9	
DO92	2.4	12.4	3.1	1.9	17%
E190	3.1	16.1	3.2	2.0	14%
D253	3.5	17.9	3.2	2.0	13%
C316	3.8	18.7		2.0	

Tab.19 : Dosisabhängigkeit von c und z_I

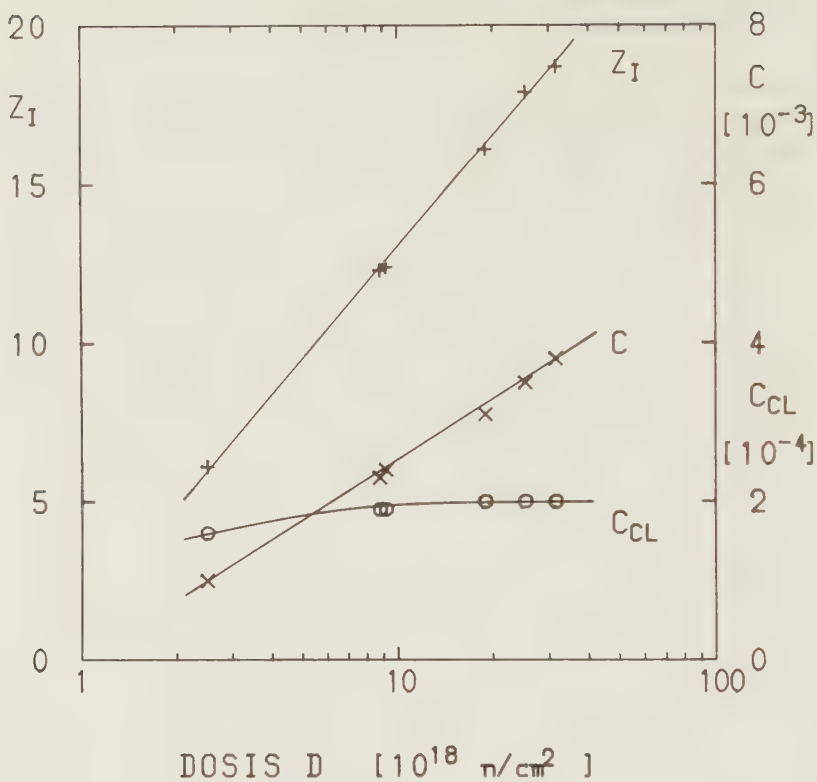


Abb.19 : Dosisabhängigkeit von

- x Defektkonzentration c
- $+$ ZGA Clusterungsgrad z_I
- o ZGA Clusterkonzentration c_{CL}

Wir sehen, daß diese Clusterkonzentration für Dosen $D > 9 \cdot 10^{18} \text{ n/cm}^2$ praktisch konstant bleibt. Vermutlich erfolgt diese Sättigung bei $D_c = 5 \cdot 10^{18} \text{ n/cm}^2$, wo auch die Defektproduktionsrate stark absinkt (Abb.17). Oberhalb D_c entstehen keine neuen ZGA-Cluster mehr, nur jene neu gebildeten ZGA überleben, die von einem bereits vorhandenen ZGA-Cluster eingefangen werden, und diesen vergrößern. Die LS scheint hingegen bei Bestrahlung nur Zweier- und Viereragglomerate zu bilden, vielleicht auf Grund eines schnelleren gegenseitigen Einfangs.

Zur Konsistenzprüfung zeigen wir in Tab.20 die Werte für c und z_I , die wir aus der Stokes-Wilson-Streuung erhalten mit $\lambda = 0.80$ und aus dem relativen Verhalten von q_o^+ mit festgehaltenem $z_I = 18$ für die Dosis D253.

Dosis	Information aus	
	I_{SW}	q_o^+
	c [10^{-3}]	z_I
BO25	1.2	6.4
DO92	2.1	14.4
E190	3.1	15.7
D253	3.3	18.0

Tab.20 : Dosisabhängigkeit von c und z_I
aus I_{SW} und q_o^+

Vergleichen wir die Werte von Tab.19 und Tab.20, so finden wir eine gute Übereinstimmung, d.h. die Auswertung ist in sich konsistent.

Q_I ist der Volumenmisfit des mittleren ZGA, Q_V der Misfit der mittleren LS. Solange das Superpositionsprinzip gilt (die Verschiebungsfelder überlagern sich linear), ist der Misfittensor pro Defekt (bzw. Doppelkrafttensoren pro Defekt) vom Agglomerationsgrad unabhängig.

In Silizium müssen wir aber annehmen, daß das Superpositionsprinzip zumindest für LS-Agglomerate verletzt ist. EPR-Messungen unter uniaxialem Druck zeigen, daß die Doppelkrafttensoren der Viererleerstelle (P3-Zentrum) und der Fünferleerstelle (P1-Zentrum) sich nicht als Vielfache eines Doppelkrafttensors der Einzelleerstelle darstellen lassen. Sonst müßten sich die Außerdiagonalelemente wie 4:5 verhalten, beobachtet wird aber ein Verhältnis von 1:-3 (Lee und Corbett, 1974).

Bei der Agglomeration bilden sich "chemische Bindungen" aus, so daß das Scherverhalten der Defekte keinem einfachen Schema folgt. Die Spur des Misfittensors pro Defekt (bzw. Doppelkrafttensors pro Defekt) scheint dagegen vom Agglomerationsgrad wenig beeinflußt zu werden, solange der Cluster nicht zu einem Versetzungsring kollabiert. In großen Versetzungsringen ist der Misfit von ZGA und LS durch die Geometrie festgelegt auf $Q_I = +1 \Omega$ und $Q_V = -1 \Omega$.

6. AUSWERTUNG FÜR DIE BOR-DOTIERTEN PROBEN

Da wir jetzt den Misfit von ZGA und LS kennen, gehen wir daran, die etwas komplexere Defektsituation in Bor-dotierten Proben zu untersuchen. Bor ist ein gutes Einfangzentrum für ZGA in Silizium. Bestrahlen wir Bor-dotiertes Silizium, so wird ein Teil der gebildeten Frenkelpaare dadurch stabilisiert, daß das ZGA vom Bor eingefangen wird.

Bei Elektronenbestrahlung, wo hauptsächlich Einzeldefekte produziert werden, ist der Einfang von ZGA und LS an Senken anscheinend der einzige Mechanismus, um größere Konzentrationen stabiler Defekte zu erzeugen. Hochreine Proben weisen eine sehr geringe Schädigungsrate bei Elektronenbestrahlung auf (McKeighen und Koehler, 1971), auch wenn man bei tiefen Temperaturen bestrahlt.

Wir sehen nach Elektronenbestrahlung in unseren Proben nur Defekte, die durch das Bor stabilisiert worden sind. In unbestrahlten Proben ist das Bor auf substitutionellen Plätzen ins Gitter eingebaut, nach Bestrahlung liegen Bor-ZGA-Komplexe vor, vermutlich in Form einer gemischten Hantel (Frank, 1974), die wir kurz als interstitielles Bor B_I bezeichnen. Ist die Anzahl der substitutionellen Bor-Atome in der Probe vor Bestrahlung N , so liegen nach Bestrahlung bis zur Sättigung N interstitielle Bor-Atome vor und N zugehörige LS in Form von Doppelleerstellen (die Einzelleerstelle ist bei 300 K nicht stabil). Da beim ZGA-Einfang wahrscheinlich die Coulombwechselwirkung mit dem leicht ionisierbaren substitutionellen Bor-Atom eine Rolle spielt, können wir annehmen, daß nach der Bildung der Bor-ZGA-Hantel keine weiteren ZGA eingefangen werden.

Die Bestimmung des Misfits von ZGA und LS im vorigen Abschnitt war uns erschwert, da wir die Defektkonzentration nicht direkt messen können. In den Bor-dotierten Proben haben wir nach Bestrahlung definierte Defektkonzentrationen vorliegen.

Dafür ist uns zunächst der Misfit des substitutionellen Bors Q_{BS} und des interstitiellen Bors Q_{BI} unbekannt. Haben wir diese bestimmt, können wir den Wert für den Misfit der LS Q_V auf einem zweiten unabhängigen Weg berechnen.

Bei Neutronenbestrahlung werden die gebildeten Frenkelpaare hauptsächlich dadurch stabilisiert, daß lokal eine sehr hohe Defektkonzentration in der Kaskade vorliegt, und Agglomeration einsetzt. Nach Abkühlen der Kaskade liegen ZGA- und LS-Agglomerate vor, die bei 300 K unbeweglich sind.

Die Bor-Dotierung hat auf diese Agglomeration wenig Einfluß, so daß die Defektproduktion nur geringfügig beeinflußt wird.

Wir werden ein Modell aufstellen, das unsere Meßdaten nach Neutronenbestrahlung erklärt. Die notwendigen Vorinformationen erhalten wir aus Messungen an elektronenbestrahlten Proben.

6.1. Volumenänderung durch das substitutionelle Bor

Um die Verzerrungsstreuung von substitutionellem Bor in Silizium zu messen, haben wir die diffuse Streuintensität von HB-Proben und die XDS von Proben vom Typ LB, LP und HP gegeneinander verglichen. Für die Huangstreuung am (440)-Reflex erhielten wir folgende Werte:

Proben- paar	$I_H q^2 [10^{-2} 1/\text{\AA}^2]$		$\Delta a/a [10^{-5}]$
	radial	angular	
	[110]	[001]	
HB-LB	19 $\pm$ 5	6 $\pm$ 10	-18 $\pm$ 2
LP-LB	6	2	0
HP-LP	6	11	0

Tab.21 : Differenzen von Huangstreuung und Gitterparameter für unbestrahlte Proben

Aus der Gitterkonstantenänderung erhalten wir:

Das substitutionelle Bor kontrahiert das Siliziumgitter, der Volumenmisfit beträgt: $Q_{BS} = -22 \text{\AA}^3 \pm 10\%$
in Übereinstimmung mit Horn (1955): $Q_{BS} = -20 \text{\AA}^3$.

Falls die Gitterkontraktion auf eine geänderte Ladungsträgerdichte zurückzuführen ist (siehe z.B. Gauster und Habing, 1967), ist die Kontraktion homogen. Sie geht dann vom Elektronengas aus und nicht von lokalisierten Defekten. Falls jedoch die Kontraktion vom Misfit der Boratome herrührt, geht von jedem Bor-Atom ein Verzerrungsfeld aus, das diffuse Röntgenstreuung hervorruft. Die LB- und LP-Proben sind hochrein. Die an diesem Paar gemessene XDS muß daher als Fehlergrenze für unsere Messung angesehen werden.

Die Huangstreuung des Paares HP-LP sollte ebenfalls Null betragen, da die Phosphor-Konzentration mit $c_p = 3 \cdot 10^{-6}$ zu klein ist, als daß wir Verzerrungsstreuung vom Phosphor beobachten könnten.

Die diffuse Streuung des Probenpaares HB-LB dagegen liegt deutlich über der Fehlergrenze. Wir können den Misfit des substitutionellen Bors berechnen unter den Annahmen:

- a) Die Boratome liegen als Einzeldefekte alle auf substitutionellen Plätzen vor.
- b) Es liegen keine weiteren verzerrenden Defekte vor.

Aus der Huangstreuung und der Bor-Konzentration erhalten wir dann:

$$Q_{BS} = -20 \text{ \AA}^3 \pm 30\%$$

in guter Übereinstimmung mit dem Wert aus der Gitterkonstantenmessung. Damit können wir die Gitterkontraktion rein auf Grund des Volumenmisfits des Bors erklären.

Das substitutionelle Bor kontrahiert das Siliziumgitter also um ein Atomvolumen, quasi als hätte es keine Ausdehnung. Zu diesem überraschenden Ergebnis kommt man auch rechnerisch. Bublik et al. (1969) haben den Misfit des substitutionellen Bors aus den kovalenten Radien berechnet und erhalten bei Berücksichtigung des ionischen Anteils der Bindungen den Wert:

$$Q_{BS} = -19 \text{ \AA}^3$$

in guter Übereinstimmung mit unserem Wert.

6.2. Volumenänderung durch das interstitielle Bor

Aus der XDS von elektronenbestrahlten Proben können wir den Misfit des interstitiellen Bors berechnen. Wir erhielten die folgenden Meßergebnisse:

Probe	$I_H q^2 [10^{-2} 1/\text{\AA}^2]$		$\Delta a/a [10^{-5}]$
	radial [110]	angular [001]	
LB	5 $\pm$ 5	2 $\pm$ 10	0 $\pm$ 2
HB	-13	15	7
LP	3	2	0
HP	3	10	-1

Tab.22 : Huangstreuung und Gitterkonstantenänderung nach Elektronenbestrahlung, Vergleich bestrahlt zu unbestrahlt

Wie wir Tab.22 entnehmen, erhalten wir eine meßbare XDS nur in der HB-Probe. Sie ist negativ, d.h. die Gitterverzerrungen nehmen durch die Bestrahlung ab.

Für die niedriger oder nicht dotierten Proben ist die Defektproduktion während der Bestrahlung zu gering. Dies ist konsistent mit den Messungen von McKeighen und Koehler (1971), nach denen die Defektproduktionsrate stark von der Dotierung abhängt. Die Autoren erklären diese Abhängigkeit für p-Typ Silizium mit dem Einfang von ZGA an negativ geladenen Akzeptoren über Coulomb-Wechselwirkung. Sind diese Traps besetzt, überwiegt die Rekombination von ZGA und LS.

Wir können also annehmen, daß die Defektproduktion sättigt, sobald alle Dotierungsatome ein ZGA eingefangen haben. Mit unserer Dosis $D = 2 \cdot 10^{19} \text{ e/cm}^2$ sind wir bereits weit in der Sättigung, wie ein Vergleich mit den Messungen von Bean et al. (1972) zeigt.

Damit erhalten wir $c = c_B = 5.10^{-4}$ in der HB-Probe und $c < 3.10^{-6}$ sonst. Somit können wir nur an der HB-Probe Huangstreuung beobachten.

In die Huangstreuung der elektronenbestrahlten Probe gehen folgende Faktoren ein:

- a) Verzerrungen durch das interstitielle Bor,
- b) Verzerrungen durch die entsprechende Anzahl von Leerstellen in Zweieragglomeraten (Einzelleerstelle bei 300 K nicht stabil),
- c) Verzerrungen der ausgeheilten Probe durch das substitutionelle Bor.

Damit sind für die Huangstreuung der HB-Probe auch negative Werte möglich, und zwar wenn $Q_{BI} < Q_{BS}$ und $Q_V < Q_{BS}$. Setzen wir die Zahlenwerte ein, so erhalten wir mit $Q_V = -10 \text{ \AA}^3$ und $Q_{BS} = -20 \text{ \AA}^3$ den Misfit des interstitiellen Bors:

$$Q_{BI} = 0 \text{ \AA}^3 \pm 5$$

Der Misfit des interstitiellen Bors ist vernachlässigbar klein gegen den Misfit von ZGA und LS. Dieses Ergebnis wird unterstützt durch die Arbeit von Frank (1974), in der er Messungen der inneren Reibung an Bor-implantiertem Silizium analysiert. Er schlägt als stabile Konfiguration für das interstitielle Bor eine gemischte $\langle 100 \rangle$ -Hantel vor, wobei diese Hantel nicht wesentlich mehr Platz einnehmen soll als ein reguläres Silizium-Atom. Der Grund dafür ist die starke Coulomb-Bindung zwischen dem Silizium- und dem Bor-Atom. Wir können uns den kleinen Misfit der Bor-ZGA-Hantel so veranschaulichen:

Auf einem substitutionellen Platz kontrahiert das Bor-Atom gerade um ein Atomvolumen. In der Hantel kommt gerade wieder ein Atomvolumen dazu durch das Siliziumatom, das nahezu wieder auf einem regulären Gitterplatz sitzt.

6.3. Volumenänderung durch die Leerstelle aus Zwischengitteratom-Trapping

Mit dem Wert $Q_{BI} = 0$ für den Misfit des interstitiellen Bors können wir nun die Differenz der Gitterkonstanten von HB- und LB-Proben nach Elektronenbestrahlung wie folgt interpretieren:

Nach Elektronenbestrahlung sehen wir im Gitterkonstantenunterschied zwischen HB- und LB-Probe:

$$\Delta a/a (3 \Omega) = c_B \underbrace{(Q_{BI} + Q_V)}_0$$

$$\Delta a/a (3 \Omega) = c_B Q_V$$

also den Misfit der Leerstelle. Aus Tab.22 erhalten wir für den Gitterkonstantenunterschied zwischen elektronenbestrahlter HB-Probe gegen die defektfreie LB-Probe

$$\Delta a/a = -11 \cdot 10^{-5} \pm 30\% \quad \text{und daraus}$$

$$Q_V = -13 \text{ \AA}^3 \pm 30\%$$

in Übereinstimmung mit dem Wert aus Abschnitt 5.4.

Mit Hilfe des ZGA-Trappings haben wir bewiesen, daß die Leerstelle der kontrahierende Defekt ist und damit das Zwischengitteratom der aufweitende.

Die für die Auswertung in Abschnitt 5. gemachten Annahmen erweisen sich somit als gerechtfertigt.

6.4. Defektkonfiguration nach Neutronenbestrahlung

Die radiale Huangstreuung von HB-Proben ist bei gleicher Neutronen-Bestrahlungsdosis nur ca. 93% der undotierten Proben (Tab.9).

Wir müssen bei den HB-Proben folgendes berücksichtigen:

- a) eine geänderte Frenkelpaarkonzentration c_{HB} ,
- b) die Substitution von ZGA durch interstitielles Bor,
- c) einen geänderten Agglomerationsgrad des ZGA $z_{I,HB}$,
- d) die Verzerrungen durch das interstitielle Bor,
- e) die Verzerrungen der ausgeheilten Probe durch das substitutionelle Bor.

Da wir die Defektkonfiguration in den undotierten Proben kennen (c , z_V , z_I , Q_V , Q_I) und nun auch die Daten für Q_{BS} und Q_{BI} vorliegen haben, können wir uns folgendes Modell machen, das die Unterschiede in der XDS von HB- und LB-Proben erklärt:

Durch die Bor-Dotierung wird zusätzlich eine Konzentration c_B von Frenkelpaaren stabilisiert: $c_{HB} = c + c_B$.

(Die Erhöhung der LS-Konzentration in den HB-Proben haben wir durch IR-Absorptionsmessungen bestätigt, Anhang D.)

Gleichzeitig wird der Clusterungsgrad beeinflusst. Das Bor erhöht die Nukleation von Clustern, die gleiche Zahl von ZGA verteilt sich auf mehr Cluster, so daß der reziproke Clusterradius q_O^+ auf 103% anwächst. Die Clustergröße sinkt damit auf:

$$z_{I,HB} = 94\% z_I$$

Damit ergibt sich die Huangstreuung der Bor-dotierten Proben im Vergleich zu der Huangstreuung der undotierten Proben zu:

$$I_{LB}^H \propto c z_V Q_V^2 + c z_I Q_I^2$$

$$I_{HB}^H \propto (c + c_B) z_V Q_V^2 + c (94\% z_I) Q_I^2 - c_B Q_{BS}^2$$

mit $Q_{BI} = 0$.

Dieses Modell liefert uns eine Erklärung für die experimentell beobachteten Unterschiede:

$$I_{HB}^H = 93\% I_{LB}^H, \quad I_{HB}^{SW} = I_{LB}^{SW}, \quad q_{O,HB}^+ = 103\% q_{O,LB}^+$$

Wir prüfen nun, ob wir dieses Modell mit der gemessenen Gitterkonstantenänderung vereinbaren können. Der Gitterkonstantenunterschied dotiert zu undotiert nach Neutronenbestrahlung ist von der Dosis unabhängig (Abb.16) und damit auch vom Agglomerationsgrad:

$$\begin{aligned} \Delta a/a (3 \Omega) &= \underbrace{(c + c_B) Q_V + c Q_I + c_B Q_{BI}}_{\text{HB-Probe}} - \underbrace{(c Q_V + c Q_I)}_{\text{LB-Probe}} \\ &= c_B (Q_V + Q_{BI}) \end{aligned}$$

$$\Delta a/a (3 \Omega) = c_B Q_V \quad \text{mit} \quad Q_{BI} = 0.$$

Damit erhalten wir aus der Gitterkonstantenänderung wiederum den Misfit der Leerstelle. Mit $\Delta a/a = -10 \cdot 10^{-5}$ (Abschnitt 4.2.) erhalten wir:

$$Q_V = -12 \text{ \AA}^3 \pm 30\%$$

in Übereinstimmung mit den bisherigen Werten.

Auf den Unterschied dotiert zu undotiert in der antisymmetrischen Streuung werden wir in Abschnitt 11. eingehen.

7. AUSHEILVERHALTEN FÜR UNDOTIERTE PROBEN

7.1. Verhalten der Huangstreuung

Wir untersuchen nun das Ausheilverhalten der XDS. Abb.20 und 21 zeigen das Ausheilverhalten der radialen und angularen Huangstreuung für die Dosis D253. Wir sehen radial eine erste Ausheilstufe um 200°C, bei der ca. 40% der Streuintensität ausheilen, ein Plateau um 400°C und eine zweite Ausheilstufe um 600°C, die zur vollständigen Ausheilung bei ca. 700°C führt.

Die angulare Huangstreuung zeigt ein qualitativ etwas geändertes Verhalten. Wir sehen wieder die Ausheilstufe bei 200°C und das Plateau bei 400°C. Die Ausheilung in der ersten Stufe ist mit 70% angular deutlich größer als radial. Während über 400°C die radiale Streuintensität kontinuierlich abfällt, steigt sie angular wieder an, erreicht bei 600°C ein Maximum und heilt dann ebenfalls bei ca. 700°C vollständig aus.

Für die Huangstreuung gilt:

$$I_{\text{rad}}^H \propto c \cdot z \cdot \text{Spur}(Q_{ij})$$

$$I_{\text{ang}}^H \propto c \cdot z \cdot \text{Scherkomponenten von } Q_{ij}$$

Da die Huangstreuung radial und angular nicht parallel ausheilt, muß sich die Defektgestalt bei der Ausheilung ändern. Als quantitatives Maß berechnen wir die mittlere Defektgestalt R nach Gleichung (20), eine konzentrationsunabhängige Größe, die den prozentualen Anteil der Scherkomponenten angibt (Abb.22). Nach Bestrahlung liegt mit $R = 0.47$ ein elliptischer Defekt vor, bei 200°C ändert sich der Gestaltparameter auf $R = 0.33$ in Richtung sphärisch, d.h. die tetragonalen und trigonalen Anteile von Q_{ij} verringern sich. Bei 500°C nehmen diese nicht-sphärischen Komponenten wieder zu, was typisch ist für die Bildung von Versetzungsringen.

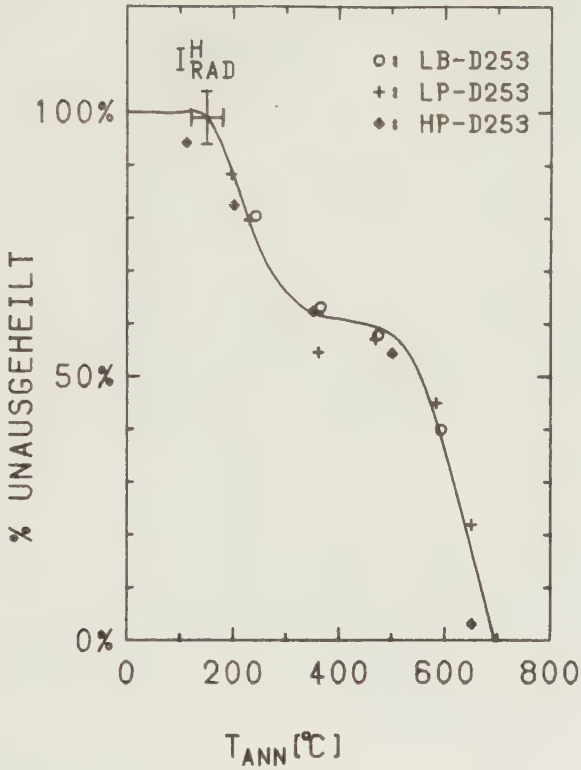


Abb.20 : Ausheilverhalten der radialen Huangstreuintensität für die Dosisreihe D253

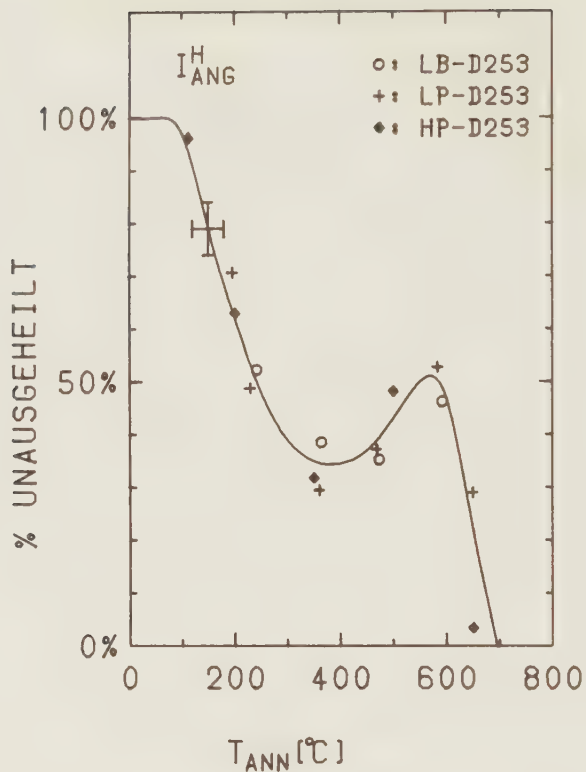


Abb.21 : Ausheilverhalten der angularen Huangstreuintensität für die Dosisreihe D253

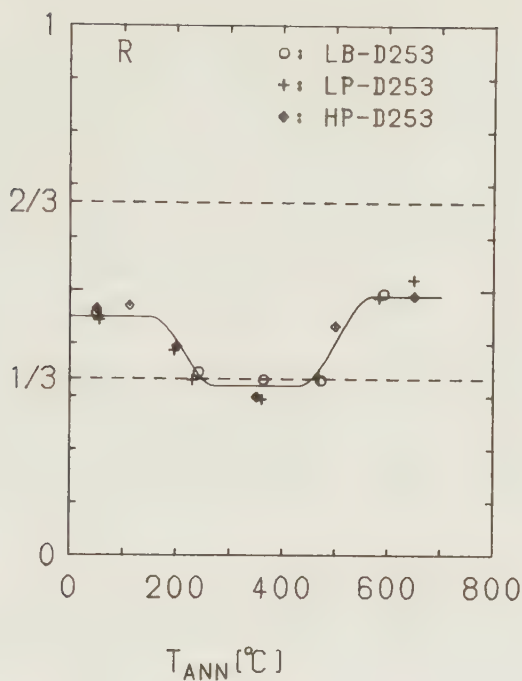


Abb.22 : Verhalten des Gestaltparameters R für den mittleren Defekt über der Ausheiltemperatur für die Dosisreihe D253

7.2. Verhalten der Defektgestalt von Leerstelle und Zwischengitteratom

Der Gestaltparameter R für den mittleren Defekt setzt sich aus ZGA- und LS-Anteilen zusammen. Auf Grund der Definition von R (Abschnitt 2.2.5.) ist R nicht additiv: $R \neq R_I + R_V$, und damit die Aufspaltung schwierig. Wir betrachten daher zunächst die angulare Huangstreuung. Das Verhältnis angulare zu radiale Huangstreuung ist dosisabhängig. Mit wachsender Bestrahlungsdosis nimmt der relative Anteil der angularen Huangstreuung ab, gleichzeitig nimmt auch der relative Anteil der Leerstelle an der Huangstreuung ab. Gilt das Superpositionsprinzip, so ist das Verhältnis angulare zu radiale Huangstreuung jeweils für den LS- bzw. den ZGA-Anteil konstant. Deshalb spalten wir die Intensität der angularen Huangstreuung in einen LS- und einen ZGA-Anteil auf:

$$I_{\text{ang}}^H q^2 = c z_V A_V + c z_I A_I$$

wobei die Beiträge der Einzelleerstelle und des Einzelzwischengitteratoms zur angularen Huangstreuung A_V und A_I dosisunabhängig sind.

Die radialen Anteile an der Huangstreuung sind mit Q_V und Q_I bekannt. Wir erhalten damit separierte Gestaltparameter für ZGA und LS:

T_{ann} [°C]	A_V $1/A^2$	A_I $1/A^2$	R			λ		
			R_M	R_V	R_I	λ_M	λ_V	λ_I
asir	216	32	.47	.86	.31	.79	1.54	.70
400	96	13	.33	.26	.12	.71	.67	.62
600	148	50	.54	.33	.38	.85	.71	.73

Tab.23 : Separierte LS- und ZGA-Anteile an der Huangstreuung und separierte Gestaltparameter für LS und ZGA

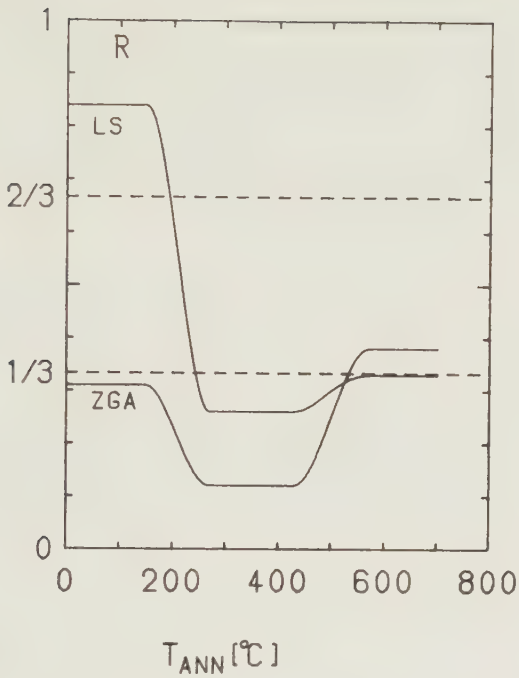


Abb.23 : Verhalten der separierten, dosis-unabhängigen Gestaltparameter R_I und R_V für ZGA und LS über der Ausheiltemperatur

Abb.23 zeigt die separierten Anteile des Gestaltparameters R . Nach Bestrahlung zeigen vor allem die Leerstellen-Defekte hohe Scheranteile, während die ZGA-Defekte relativ isotrop erscheinen. In der 200°C -Stufe nehmen die Scherkomponenten der LS- und ZGA-Defekte ab. Besonders stark ist die Änderung für die LS. Parallel zu dieser Änderung der Defektgestalt ändern sich die EPR-Spektren (Lee et al, 1974).

Nach Bestrahlung dominieren die Spektren

G6, G7, A10	der Doppelleerstelle und
P3	der Viererleerstelle (V_4 -Kette) für LS-Defekte,
P6, A5	des Doppelzwischengitteratoms für ZGA-Defekte.

Bei 200°C verschwinden diese Spektren, und es tauchen die bis ca. 500°C stabilen Spektren

P1	der Fünferleerstelle und
B3, O2	einer anderen Doppel-ZGA-Konfiguration auf.

Bei 500°C verschwinden alle genauer identifizierten Spektren von ZGA- und LS-Defekten.

Bei 500°C ändert sich auch die Defektgestalt erneut, die Scheranteile der ZGA-Defekte steigen an, was für die Bildung von Versetzungsringen typisch ist. Nach Ionen-Implantation beobachtet man tatsächlich in diesem Bereich die Bildung von Versetzungsringen auf $\{111\}$ -Flächen mit einem Burgersvektor $\underline{b} = a/2 (110)$ (Seshan und Washburn, 1978). Der Wert des Gestaltparameters R_I liegt mit $R_I = 0.38$ in der Nähe von $R = 1/3$, dem Gestaltparameter für lineare Defekte. Dies hängt möglicherweise mit der Beobachtung von "rods" zusammen, Versetzungsringen, die in einer Dimension extrem ausgedehnt sind (längs einer $[1\bar{1}0]$ -Richtung) und deren Querdurchmesser kaum meßbar ist.

Damit deckt sich das Defektverhalten, wie wir es aus der Huangstreuung entnehmen, gut mit elektronen-mikroskopischen Untersuchungen und EPR-Beobachtungen.

7.3. Verhalten von q_0^+ und z_I

Wir haben das Verhalten des reziproken Clusterradius q_0^+ über der Ausheiltemperatur verfolgt (Abb.24). Der reziproke Clusterradius nimmt kontinuierlich mit der Ausheiltemperatur ab, d.h. die stark verzerrten Gebiete mit $Ku > 1$ wachsen an. Dieses Größenwachstum ist mit dem Agglomerationsgrad der Defekte und mit dem Gestaltparameter R gekoppelt über die Gleichungen (20) und (42):

$$z_I \propto 1/(\sqrt{3(1-R)} q_0^2)$$

Rechnen wir uns z_I mit Hilfe der Defektgestalt R_I aus, so erhalten wir das Temperaturverhalten von Abb.25. Zusätzlich können wir als Fehlergrenzen zwei extreme Annahmen für das Temperaturverhalten von R_I verwenden, falls die Separation von R_M in R_I und R_V ungültig ist:

a) Das Verhalten von R (unsepariert, Abb.22) ist ganz durch das ZGA bestimmt:

$$R_I = R$$

b) Das Verhalten von R ist ganz durch die LS bestimmt:

$$R_I = \text{const.}$$

Ist unsere Separation gültig, erhalten wir einen konstanten Agglomerationsgrad z_I bis 400°C . Oberhalb 400°C steigt der Agglomerationsgrad stark an, was auf eine Wanderung von Zwischengitteratomen hinweist.

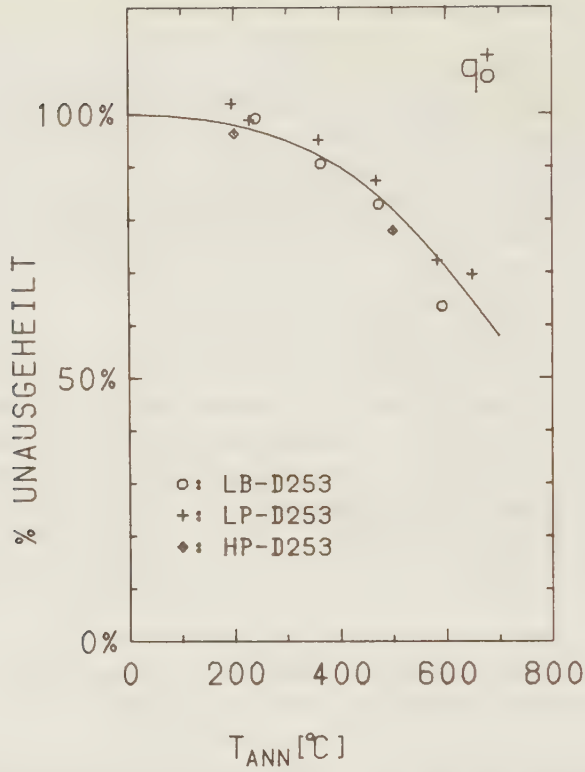


Abb.24 : Verhalten des reziproken Clusterradius q_0^+ über der Ausheiltemperatur für die Dosisreihe D253

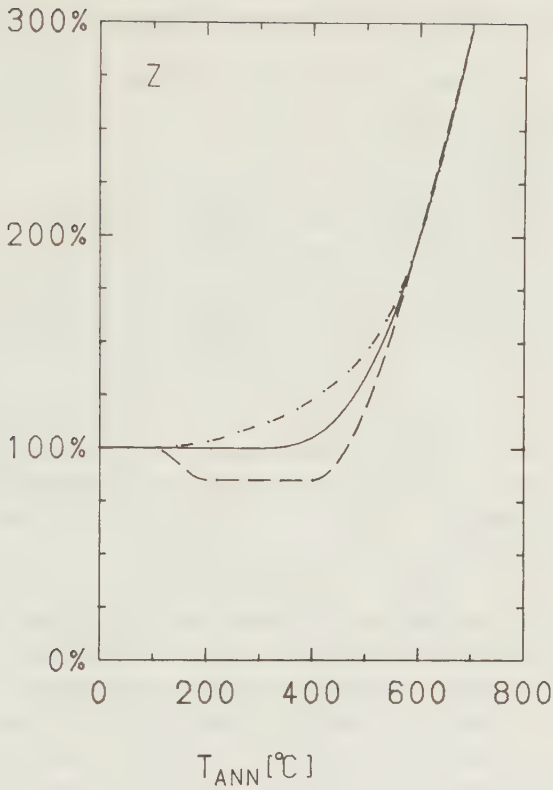


Abb.25 : Verhalten des Agglomerationsgrads des ZGA über der Ausheiltemperatur für die Dosisreihe D253

— z aus q_O^+ und $R_I(T)$

Fehlergrenzen (siehe Text):

- · - · z aus q_O^+ und $R_I(T) = \text{const.}$

- - - z aus q_O^+ und $R_I(T) = R(T)$ (unsepariert)

7.4. Verhalten der Defektkonzentration

Die radiale Huangstreuung ist proportional zur Defektkonzentration

$$I_{\text{rad}}^{\text{H}} \approx c \cdot z \cdot Q^2$$

solange der Agglomerationsgrad und der Misfit konstant bleiben. Aus dem vorhergehenden Abschnitt wissen wir, daß der Agglomerationsgrad des ZGA bis 400°C konstant ist und dann bis 600°C auf ca. 200% ansteigt. Der Misfit des ZGA ist ebenfalls konstant bis zur Bildung von Versetzungsringen bei 500°C und geht dann gegen ein Atomvolumen aus geometrischen Gründen. Damit gibt die radiale Huangstreuung bis 400°C das Ausheilen der Defektkonzentration wieder; oberhalb 400°C heilt die Defektkonzentration schneller aus als die radiale Huangstreuung, die eine obere Grenze angibt.

Wir erhalten qualitative Übereinstimmung mit dem Ausheilverhalten der Gitterkonstantenänderung, wie es Baldwin et al. (1979) und Chelyadinskii (1976) gemessen haben. Im Ausheilverhalten der near-band-edge-absorption im Infraroten bei 2 µm treten ebenfalls diese Ausheilstufen auf (Mordkovich et al, 1974). Die near-band-edge-absorption wird auf die Änderung der Bandkante durch verzerrende Defekte zurückgeführt (Massarani und Brelot, 1972), so daß wir auch hier eine Funktion der gesamten Defektkonzentration vorliegen haben (siehe auch Anhang D).

In der 200°C-Stufe heilen ca. 40% der Defekte aus (Dosis D253). Die Frage, ob das ZGA (Dannefaer et al, 1976) oder die LS (Cheng und Lori, 1968) der bewegliche Defekt ist, können wir über das Agglomerationsverhalten klären. Während der Agglomerationsgrad des ZGA in dieser Stufe konstant bleibt (Abb.25), erhöht sich der Agglomerationsgrad der LS (Die Doppelleerstelle verschwindet, es bilden sich Vierer- und Fünferleerstellen).

Damit ist die Leerstelle der bewegliche Defekt der 200°C-Stufe, genauer gesagt die Doppelleerstelle.

Cheng und Lori (1968) und später Daly und Noffke (1971) untersuchten das Ausheilverhalten der Doppelleerstelle genauer. Im Gegensatz zum Verhalten nach Elektronenbestrahlung erhalten sie nach Neutronenbestrahlung einen stark verbreiterten Ausheilbereich für die Doppelleerstelle. Dieses Verhalten können sie erklären durch die Annahmen:

- a) In der Kaskade liegt anfänglich eine sehr hohe Senkenkonzentration c_s für die Doppelleerstelle vor:

$$c_s \text{ (Einfangvolumen/Atomvolumen)} \approx 4 \cdot 10^{-2}, \text{ bzw.}$$

$$c_s \approx 10^{-3} \text{ bis } 10^{-2}.$$

- b) Die Senkenkonzentration erniedrigt sich mit fortschreitender Ausheilung der Doppelleerstelle.

Beide Annahmen werden durch unsere Messungen bestätigt. Werden die Doppelleerstellen beweglich, agglomert ein kleiner Teil zu Viererleerstellen, der andere Teil wandert zu ZGA-Clustern und rekombiniert dort. So verschwinden sowohl kleine LS-Agglomerate als auch 40% der ZGA-Cluster. Mit den Zwischengitteratomen als Senken für die Doppelleerstellen-Ausheilung haben wir sowohl eine sehr hohe Senkenkonzentration als auch eine Abnahme der Senkenkonzentration mit fortschreitender Ausheilung.

In der zweiten Stufe bei 600°C werden ZGA-Defekte beweglich. Entweder wandern ganze ZGA-Agglomerate, oder es dampfen ZGA von ZGA-Clustern ab. Für die letztere Möglichkeit sprechen:

- a) Im Elektronenmikroskop beobachtet man nach Ionen-Implantation in diesem Bereich das Schrumpfen kleiner Versetzungsringe und das Anwachsen der größeren.

- b) Durch das Abdampfen von ZGA wird die Rekombination mit LS beschleunigt gegenüber der Wanderung ganzer Cluster. Tatsächlich sinkt c schneller ab als z anwächst.

(Die Wanderung ganzer ZGA-Agglomerate beobachtet man vermutlich in Aluminium, wo das Anwachsen von c bei weitem die Rekombination überwiegt (Grasse, 1980))

8. DOSISABHÄNGIGKEIT DES AUSHEILPROZESSES

Das Ausheilverhalten der radialen und angularen Huangstreuung ist dosisabhängig. Wir zeigen diese Dosisabhängigkeit in Abb.26 und Abb.27 . Da das Verhalten des reziproken Cluster-radius q_0^+ und damit auch des Agglomerationsgrads z innerhalb unserer Meßgenauigkeit dosisunabhängig ist, ist für alle Bestrahlungsdosen z bis 400°C jeweils konstant, und die radiale Huangstreuung gibt bis 400°C die Ausheilung der Defektkonzentration wieder.

Genau genommen beinhaltet die radiale Huangstreuung auch ca. 10% Scheranteile (Gleichung (35)). Würde die angulare und die radiale Huangstreuung parallel ausheilen, wäre die radiale Huangstreuung weiterhin proportional zur Defektkonzentration. Da sich die Defektgestalt ändert, ist das 400°C -Plateau für die relative Ausheilung der Defektkonzentration gegen das Plateau bei der radialen Huangstreuung um 2% angehoben. Wir vernachlässigen im folgenden diesen kleinen Effekt (siehe auch in Anhang C: Einfluß des Statischen Debye-Waller-Faktors auf das 400°C -Plateau).

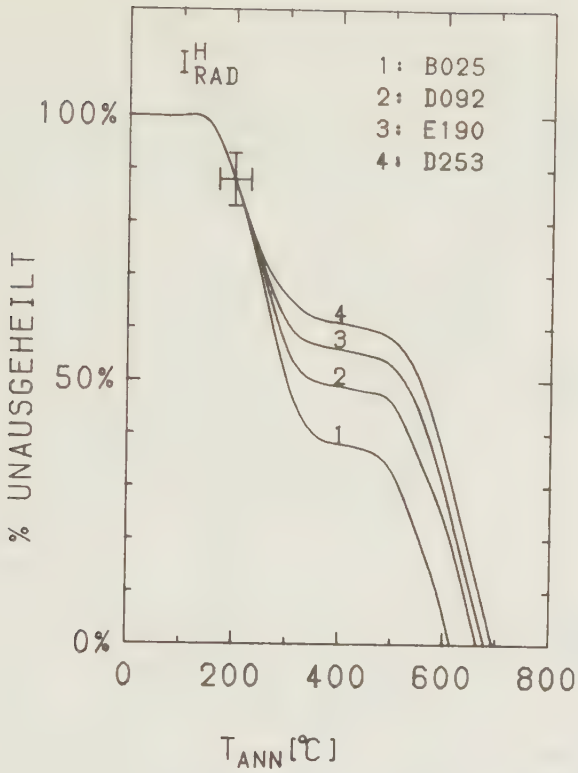


Abb.26 : Ausheilung der radialen Huangstreuung
für verschiedene Bestrahlungsdosen

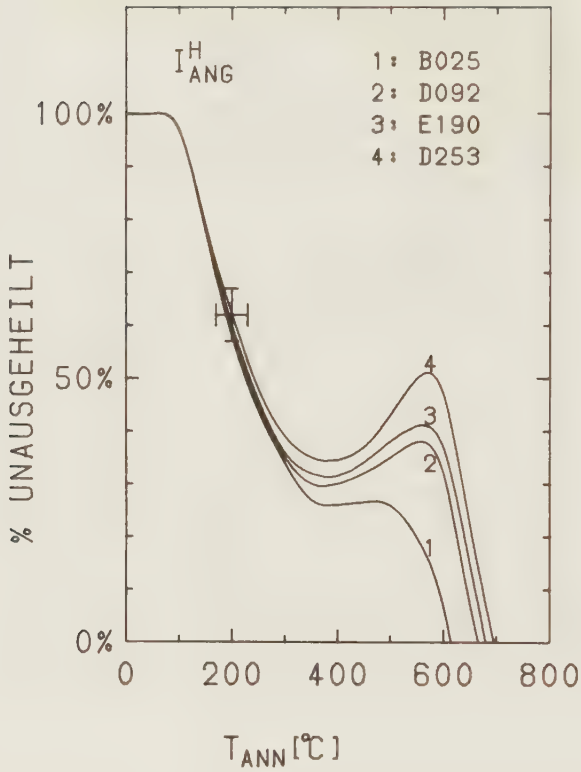


Abb.27 : Ausheilung der angularen Huangstreuung
für verschiedene Bestrahlungsdosen

8.1. 200°C-Stufe

Die relative Ausheilung in der 200°C-Stufe wird mit zunehmender Dosis kleiner. Beziehen wir uns auf das Plateau bei 400°C, so erhalten wir folgende Werte für die relative und absolute Ausheilung der Defektkonzentration:

Dosis	$c(400^{\circ}\text{C}) / c(\text{asir})$	$c(\text{asir}) - c(400^{\circ}\text{C})$ [10^{-3}]
B025	38%	0.43
D092	50%	1.00
E190	56%	1.23
D253	61%	1.37

Tab.24 : Relative und absolute Ausheilung
der Defektkonzentration bis 400°C

Vergleichen wir die ausgeheilte Defektkonzentration mit der Konzentration von Leerstellen in Zweieragglomeraten in Abb.28, so erhalten wir eine gute Übereinstimmung innerhalb 20%, also eine weitere Bestätigung dafür, daß in der 200°C-Stufe die Doppelleerstellen wandern.

Da wir jetzt die absolute Skala in Abb.28 kennen, können wir die absolute Doppelleerstellen-Konzentration angeben (unter der Annahme, daß für Dosen $D < 10^{17} \text{ n/cm}^2$ alle Leerstellen als Doppelleerstellen vorliegen).

Wir erhalten dann eine Oszillatorstärke für die IR-Absorption der Doppelleerstelle von $f_{\text{Osz}} \approx 0.08$ in guter Übereinstimmung mit dem üblicherweise verwendeten Wert $f_{\text{Osz}} = 0.05$ (Cheng und Lori, 1968).

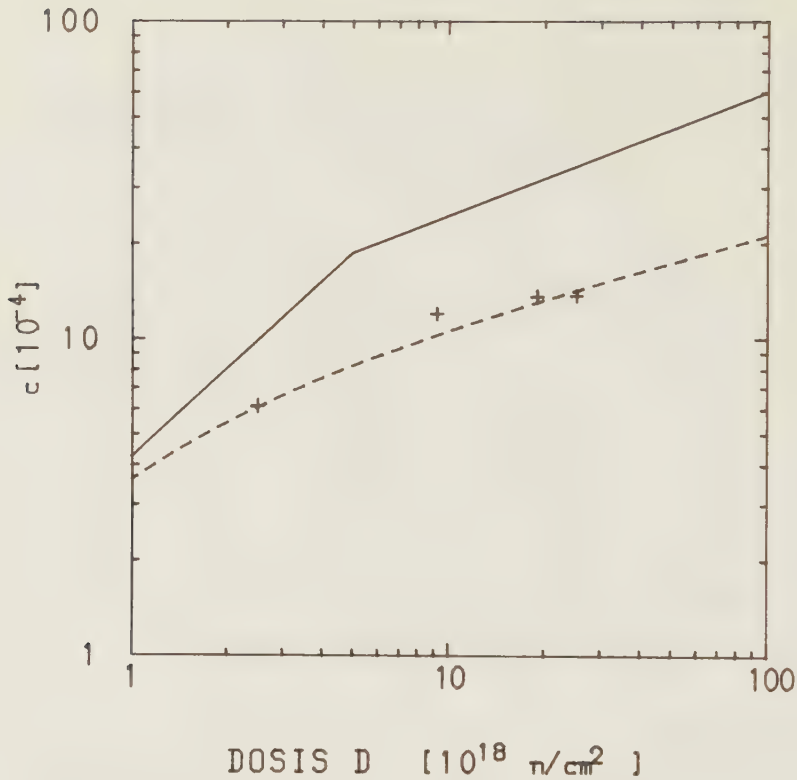


Abb.28 : Vergleich der in der 200°C-Stufe ausgeheilten Defektkonzentration mit der
— Konzentration aller Leerstellen (Gitterkonstantenänderung)
- - - Konzentration von LS in Doppel-leerstellen (IR-Absorption, Kurve von Abb.17 um 17% angehoben)

8.2. 600°C-Stufe

In der 600°C-Stufe heilen die Defekte vollständig aus. Vollständige Ausheilung verstehen wir hier in dem Sinn, daß unbestrahlte und ausgeheilte Proben in unserem Meßbereich die gleiche diffuse Streuung liefern. Das schließt folgendes nicht aus:

- a) Es können noch kleine Konzentrationen ($c < 10^{-4}$) an Punktdefekten vorliegen (Widerstandserholung nicht vollständig).
- b) Es können wenige große Cluster vorliegen, deren XDS so nahe am Reflex konzentriert ist, daß sie in unserem Meßbereich nicht mehr beobachtbar ist (z.B. im Elektronenmikroskop noch Defekte sichtbar).

Dosis	T_{VA} [°C]
BO25	615
DO92	665
E190	680
D253	695

Tab.25 : Temperatur T_{VA} der vollständigen Ausheilung in Abhängigkeit von der Dosis

Für die Temperatur der vollständigen Ausheilung T_{VA} in obigem Sinne erhalten wir die Werte von Tab.25 .

In der 600°C-Stufe steigt der Clusterungsgrad des ZGA stark an, so daß in diesem Bereich ZGA-Defekte beweglich sein müssen. Die Dosisabhängigkeit der vollständigen Ausheilung können wir z.B. auf die folgende Weise erklären:

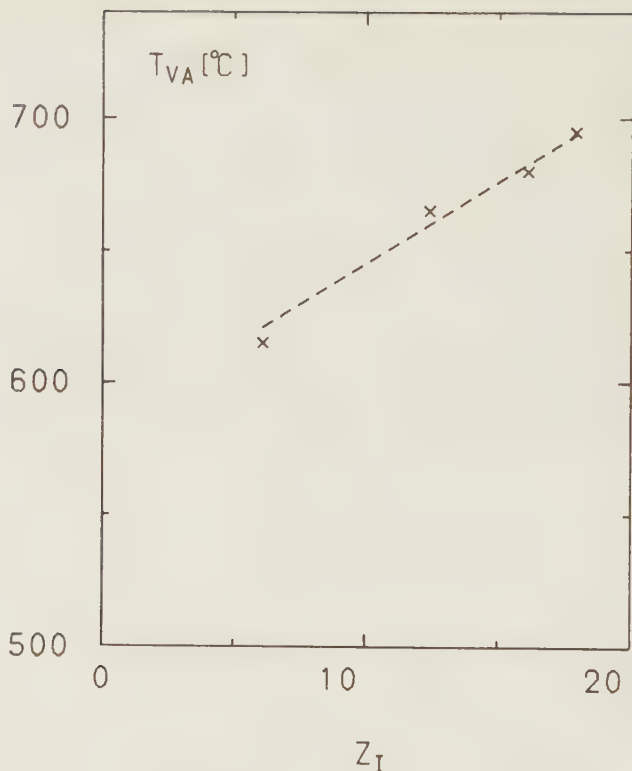


Abb.29 : Abhängigkeit der Temperatur der vollständigen Ausheilung T_{VA} vom Clusterungsgrad z_I

Bei hohen Temperaturen dampfen ZGA von den Agglomeraten ab. Die Bindungsenergie des ZGA an das Agglomerat ist abhängig von der Größe des Agglomerats, z.B.:

$$E = E_1 + E_2 z$$

mit $E_2 \approx E_1/100$, d.h. wenn E_1 in der Größenordnung 1 eV ist, ist E_2 in der Größenordnung 10 meV.

9. KASKADENVOLUMEN

9.1. Kaskadenvolumen aus Sättigungsverhalten

Vergleichen wir die Dosisabhängigkeit der Gitterkonstanten-änderung (Chelyadinskii, 1976) und der Konzentration der Doppelleerstellen (Newman und Totterdell, 1975) in Abb.11 , so fällt auf, daß die Sättigung in der Produktion von Doppelleerstellen bei niedrigerer Dosis einsetzt ($D_1 \approx 9 \cdot 10^{17} \text{ n/cm}^2$) als die Sättigung der integralen Defektproduktion ($D_2 \approx 5 \cdot 10^{18} \text{ n/cm}^2$). Dies können wir entweder auf eine bestrahlungsinduzierte Wanderung der Doppelleerstellen und deren Agglomeration zu Viererleerstellen zurückführen oder auf eine unterschiedliche Empfindlichkeit der integralen und der Doppelleerstellen-Konzentration auf Kaskadenüberlapp. Aus dem Sättigungsverhalten können wir dann das Kaskadenvolumen abschätzen.

Ist das Volumen der Einzelkaskade V_K und die Anzahl der Kaskaden N_K , so können wir als formalen Parameter den Anteil der Kaskaden am Gesamtvolumen V berechnen:

$$x = N_K V_K / V$$

Der Spezialfall $x = 1$ bedeutet, die Anzahl der Kaskaden mal dem Volumen der Einzelkaskade ist gerade das Volumen des Gesamtkristalls. Bei zufälliger Verteilung der Kaskaden werden sich die Kaskaden überlappen. Ist W_n die Wahrscheinlichkeit für n -fachen Überlapp so gilt:

$$W_n = \frac{1}{n!} x^n e^{-x} \quad \text{mit} \quad \sum_n W_n = 1 \quad (56)$$

für große Kaskadenzahlen N_K (Böning et al, 1976).

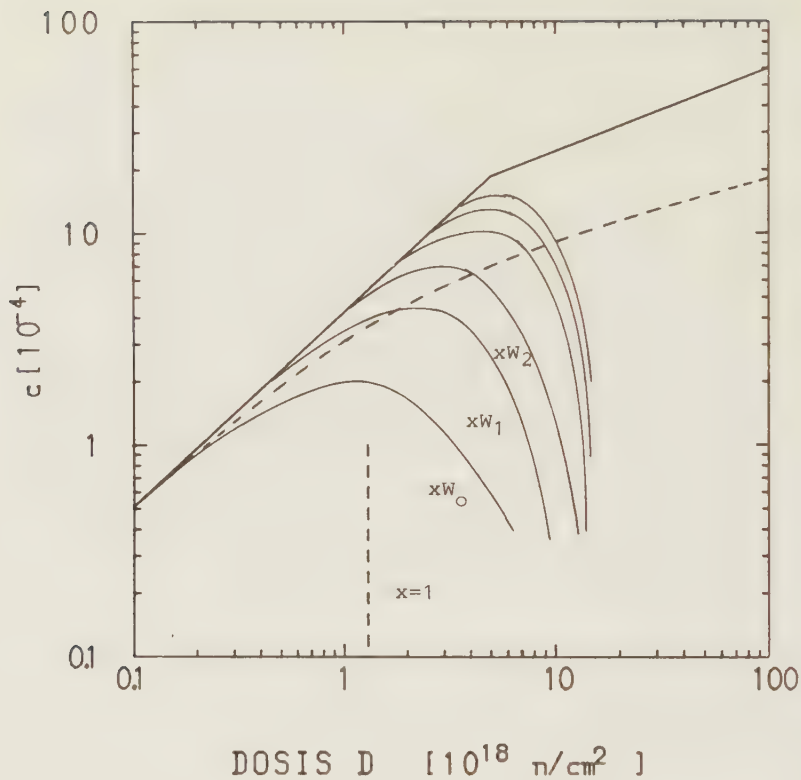


Abb.30 : Abschätzung der Kaskadengröße durch den Vergleich der Sättigung in der Defektproduktion mit dem n -fachen Kaskadenüberlapp

Vergleichen wir die Volumenanteile $W_n \times$ für n-fachen Überlapp mit den Defektkonzentrationen (Abb.30), so ist folgendes Modell plausibel:

Die Konzentration der Doppelleerstellen ist bereits auf einfachen Überlapp empfindlich. Im Überlappgebiet erhöht sich die Defektkonzentration, ein Teil der Doppelleerstellen agglomeriert zu Viererleerstellen, eine zusätzliche Rekombination ist nicht erkennbar. Die ZGA-Agglomerate sind gegen die erhöhte LS-Konzentration stabil.

Falls bei einfachem Überlapp 50% der neu gebildeten Doppelleerstellen agglomerieren und 50% die vorhandene Doppelleerstellenkonzentration erhöhen, erhalten wir aus der Abb.30 die Dosis $D_0 = D(x=1)$ zu $D_0 = 1.3 \cdot 10^{18} \text{ n/cm}^2$. Daraus erhalten wir bei bekanntem Streuquerschnitt für schnelle Neutronen ein Kaskadenvolumen von

$$V_K = 5.1 \cdot 10^6 \text{ \AA}^3 = 2.6 \cdot 10^5 \text{ \AA} \text{ bzw.}$$

$$R_K = 104 \text{ \AA} \quad \text{bei sphärischer Näherung.}$$

Nehmen wir dagegen an, daß die Sättigung der integralen Defektproduktion (Gitterkonstantenänderung) vom Überlapp der Einzelkaskade herrührt (und die Sättigung in der Doppelleerstellenproduktion von bestrahlungsinduzierten Diffusionsprozessen), so erhalten wir die Dosis D_0 zu $D_0 = 1.3 \cdot 10^{19} \text{ n/cm}^2$, also den zehnfachen Wert im Vergleich zu dem Wert aus der Doppelleerstellensättigung. Dies entspricht einem um den Faktor 10 kleineren Kaskadenvolumen und einem Radius

$$R_K = 48 \text{ \AA} .$$

9.2. Kaskadenvolumen aus der Huangstreuung

Liegen Einzelkaskaden vor mit einem Radius R_K , so erzeugt diese Ortskorrelation der Defekte eine Erhöhung der Huangstreuung für kleine q (Abb.5), d.h. nahe am Reflex erwarten wir einen Anstieg zu kleinen q hin bei

$$q_K = 4/R_K$$

Für den Kaskadenradius aus der Sättigung der Doppelleerstellen erhalten wir

$$R_{K1} = 104 \text{ \AA} \quad \text{bzw.} \quad q_{K1}/G = 0.006$$

Für den Kaskadenradius aus der Sättigung der integralen Defektproduktion erhalten wir

$$R_{K2} = 48 \text{ \AA} \quad \text{bzw.} \quad q_{K2}/G = 0.013$$

Bei hohen Bestrahlungsdosen muß diese Korrelation verschwinden, beim Übergang zu niedrigen Bestrahlungsdosen sollten die Korrelationen sichtbar werden, wenn sie in unserem Meßbereich liegen.

Es zeigt sich, daß die Meßkurven für die Dosisreihen D253, E190 und D092 im Huangbereich einen identischen Verlauf haben. Hier ist die Kaskadenstruktur durch Überlapp so verwischt, daß jede diesbezügliche Korrelation verschwunden ist. Die Meßkurven sind im reflexnahen Bereich von $q/G = 0.003$ bis $q/G = 0.011$ in ihrer q -Abhängigkeit identisch mit einer maximalen Abweichung von 10% und einer mittleren Abweichung von 4%. Diese Kurvenform ist die durch Auflösungseffekte modifizierte q^{-2} Abhängigkeit der Huangstreuung. Wir erhalten damit experimentell die Auflösungskorrektur für den reflexnahen Bereich.

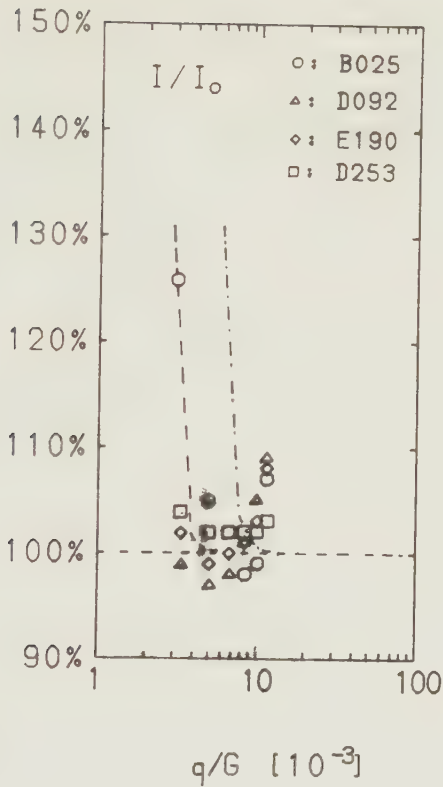


Abb.31 : Kaskadenradius R_K aus der Modifikation der Huangstreuung durch Defektkorrelationen

- - - $R_K = 150 \text{ \AA}$

- - - - $R_K = 50 \text{ \AA}$

Wenn wir einen Einfluß der Kaskadenstruktur auf die Huangstreuung sehen können, dann allenfalls bei der niedrigsten Bestrahlungsdosis BO25 (Abb.31).

Falls der Kaskadenradius $R_K = R_{K2} = 48 \text{ \AA}$ ist, liegen in dieser Probe nur Einzelkaskaden vor. Wir müßten dann eine deutliche Änderung der Huangstreuung in unserem Meßbereich sehen. Aus Abb.31 ersehen wir, daß im Bereich $q/G > 0.006$ die Kurvenform für alle Proben im wesentlichen identisch ist, d.h. wir können R_{K2} als Kaskadenradius ausschließen. Die Sättigung in der integralen Defektproduktion setzt erst nach mehrfachem Überlapp der Kaskaden ein.

Näher am Reflex bei $q/G = 0.003$ zeigt sich ein Anstieg in der Huangstreuung für die niedrigst-bestrahlten Proben. Sowohl für die Probe LB-BO25 als auch die Probe HB-BO25 beträgt der Anstieg $23\% \pm 1\%$, und er ist symmetrisch zum Reflex, wie wir es von einem Effekt erwarten, der von Defektkorrelationen stammt. Der Anstieg in Richtung kleiner q erfolgt zwischen den Meßpunkten $q/G = 3.24 \cdot 10^{-3}$ und $6.48 \cdot 10^{-3}$. Das ergibt einen Kaskadenradius R_K im Bereich $R_K = 126 \text{ \AA}$ bis $190 \text{ \AA}$, d.h. Werte die mit dem Wert R_{K1} aus der Sättigung der Doppelleerstellen-Produktion vereinbar sind.

Lassen wir eine Zigarrenform der Kaskade zu, so erhalten wir aus der Huangstreuung nur die kleinste Dimension der Kaskade in guter Übereinstimmung mit den Werten von van Lint und Leadon (1976, $R_1 = 125 \text{ \AA}$) und Daly und Noffke (1971, $R_1 = 150 \text{ \AA}$).

Bei einem geringeren Anstieg von $|c_q|^2$ (z.B. Faktor 2) für kleine q können wir auch Kaskadenradien von $100 \text{ \AA}$ mit unseren Messungen vereinbaren. Theoretisch sollte dieser Anstieg für Einzelkaskaden $N_{DK}/z_I \approx 20$ betragen. Ein geringerer Anstieg könnte durch folgende Effekte bedingt sein:

- a) Auflösungseffekte.
- b) Wir befinden uns in einem Dosisbereich, in dem wir schon 70% Überlapp haben und damit abgeschwächte Korrelationen.
- c) Nicht-sphärische Kaskaden.

9.3. Abschätzungen für die Kaskade

Wir wollen uns anhand eines primitiven Kaskadenmodells (sphärische Kaskaden, keine dynamischen Effekte) die Größenordnung der Parameter veranschaulichen. Zunächst berechnen wir uns die Anzahl der neu gebildeten stabilen Defekte pro Kaskade aus der Gleichung

$$dc = N_{DK}(D) \sigma dD \quad (57)$$

die wir mit der Dosisabhängigkeit der Defektkonzentration c nach Gleichung (55) vergleichen. Differenzieren wir die Gleichung (55) nach der Dosis, erhalten wir aus dem Vergleich mit Gleichung (57) die Anzahl der Defekte pro Kaskade:

$$N_{DK}(D) = \begin{cases} 1.30 \cdot 10^2 (D/D_0)^{-0.08} & \text{für } (D/D_0) < 5 \\ 1.29 \cdot 10^2 (D/D_0)^{-0.61} & \text{für } (D/D_0) > 5 \end{cases} \quad (58)$$

$$\text{mit der Referenzdosis } D_0 = 10^{18} \text{ n/cm}^2$$

Auch bei kleinen Dosen haben wir keine konstante Anzahl von Defekten pro Kaskade (Tab.26), vermutlich auf Grund bestrahlungsinduzierter Ausheilprozesse. Damit wäre die Defektproduktionsrate auch vom Neutronen-Fluß abhängig, ein Effekt, den wir hier nicht weiter verfolgen konnten.

Aus Tab.26 ersehen wir, daß oberhalb $D_c = 5 \cdot 10^{18} \text{ n/cm}^2$ die Anzahl der neu gebildeten Frenkelpaare pro Kaskade rasch abnimmt. Im Gebiet einer neuen Kaskade liegen mit $V_K = 2.6 \cdot 10^5 \text{ \AA}$ etwa 52 ZGA-Cluster. Gehen wir davon aus, daß bei einer Dosis von z.B. $D = 2.5 \cdot 10^{19} \text{ n/cm}^2$ pro Kaskade ca. 130 Frenkelpaare primär zur Verfügung stehen, so werden 18 ZGA von ZGA-Agglomeraten eingefangen, die restlichen 112 ZGA von LS-Agglomeraten, wo sie rekombinieren.

Dosis [n/cm ²]	N _{DK}
10 ¹⁵	226
10 ¹⁶	189
10 ¹⁷	156
10 ¹⁸	130
5.10 ¹⁸	114
10 ¹⁹	32
2.5 10 ¹⁹	18
10 ²⁰	8

Tab.26 : Anzahl der Frenkelpaare pro
neuer Kaskade

Die neu gebildeten LS bilden Zweier- und Viereragglomerate, wegen der Rekombination erhöht sich die Zahl der LS ebenfalls um 18. Nehmen wir an, daß ZGA- und LS-Agglomerate den gleichen Einfangradius für die Zwischengitteratome einer neu gebildeten Kaskade haben, so erhalten wir mit

- a) ca. 130 primär zur Verfügung stehenden Frenkelpaaren pro neu gebildeter Kaskade,
- b) einer konstanten Konzentration der ZGA-Agglomerate $c_{C1} = 2 \cdot 10^{-4}$ und
- c) einer Konzentration von LS-Agglomeraten nach Abschnitt 5.2. aus IR-Absorption und Gitterparameteränderung $c_{V2} + c_{V4}$

gerade unseren Dosisverlauf von N_{DK} nach Gleichung (58).

Wir erklären damit die Dosisabhängigkeit der Defektproduktion oberhalb $D_C = 5 \cdot 10^{18}$ n/cm² wie folgt:

Oberhalb D_C ist die LS-Konzentration so hoch, daß keine neuen ZGA-Agglomerate gebildet werden können. Der weitere Konzentrationsanstieg wird dadurch reguliert, daß eine konstante

Zahl von ZGA-Agglomeraten mit einer wachsenden Zahl von LS-Agglomeraten im Einfang von neu gebildeten ZGA konkurrieren.

10. AUSHEILVERHALTEN FÜR BOR-DOTIERTE PROBEN

Abb.32 zeigt das Ausheilverhalten der radialen Huangstreuung für eine HB-Probe. Die 600°C-Stufe ändert sich offensichtlich durch die Dotierung, die radiale Huangstreuung heilt eher aus. Die angulare Huangstreuung (Abb.33) zeigt ebenfalls ein geändertes Verhalten, der Wiederanstieg der Intensität oberhalb 400°C fehlt. Betrachten wir den Gestaltparameter R (Abb.34), so sehen wir, daß sich auch das Verhalten der Defektsymmetrie in der 600°C-Stufe geändert hat. Der Wiederanstieg von R, den wir als typisches Merkmal für die Bildung von Versetzungsringen ansehen, fehlt. Möglicherweise werden in der HB-Probe die Defektcluster stabilisiert und der Kollaps zu Versetzungsringen verhindert. Das Clusterungsverhalten (Abb.35) entspricht dem der undotierten Proben, d.h. wir können annehmen, daß in der dotierten und undotierten Probe z und Q etwa gleich sind, die Differenz also von einer unterschiedlichen Defektkonzentration herrührt. Offensichtlich existiert in der HB-Probe ein Mechanismus, der die Rekombination von ZGA und LS beschleunigt.

Möglich wäre z.B.:

- a) Die Bindung des ZGA an sphärische Cluster ist schwächer als an Versetzungsringe.
- b) Durch das Fermi-Niveau in der dotierten Probe wird das Diffusionsverhalten von ZGA und LS beeinflusst.
- c) Die Bor-Atome fördern in diesem Bereich die Rekombination von ZGA und LS (Rekombinationszentren nach Bolotov et al, 1977).

Für die Möglichkeit (c) sprechen Beobachtungen von Frank (1975) an Bor-implantierten Silizium. Er beobachtete bei 200°C den lokalen Zerfall des interstitiellen Bors in substitutionelles Bor und ein Silizium-ZGA. Zwischen 200°C und 500°C tritt das Bor Leerstellen und ab 500°C verschwinden diese Komplexe wieder, eventuell durch Trappen des in diesem Temperaturbereich beweglich werdenden ZGA.

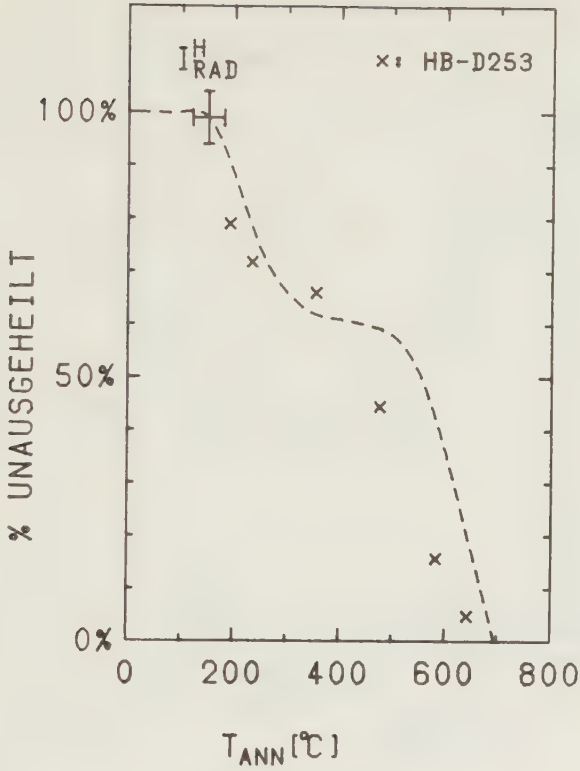


Abb.32 : Ausheilverhalten der radialen Huangstreuintensität für die Probe HB-D253 (x) im Vergleich zu undotierten Proben (- -).

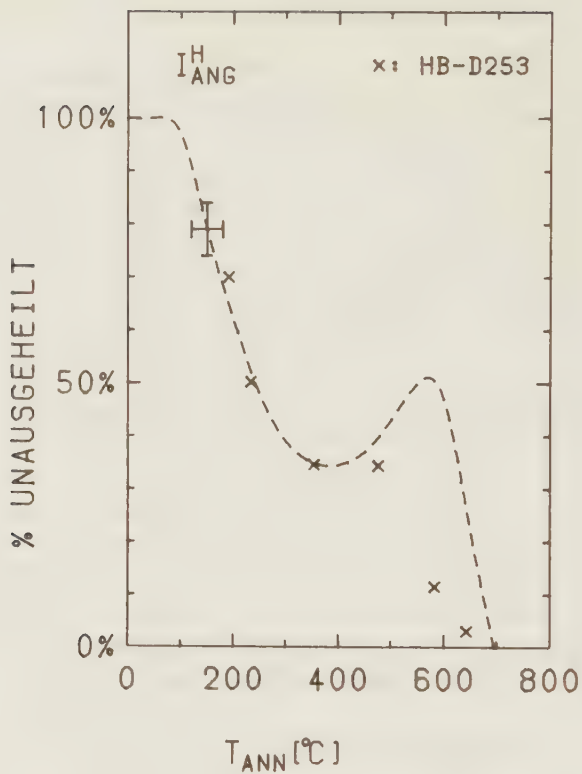


Abb.33 : Ausheilverhalten der angularen Huangstreuintensität für die Probe HB-D253 (x) im Vergleich zu undotierten Proben (- -).

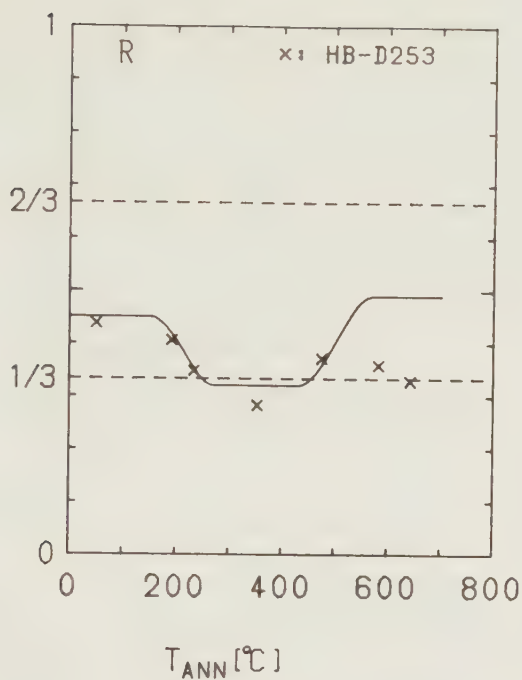


Abb.34 : Verhalten des Gestaltparameters R für die Probe HB-D253 (x) im Vergleich zu undotierten Proben (—) über der Ausheiltemperatur

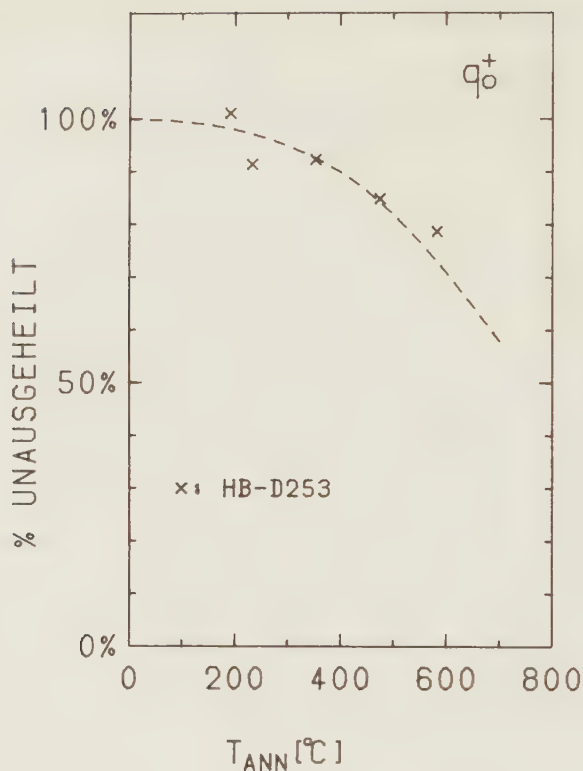


Abb.35 : Verhalten des reziproken Cluster-radius q_0^+ für die Probe HB-D253 (x) im Vergleich zu undotierten Proben (- -) über der Ausheiltemperatur

11. ANTISYMMETRISCHE STREUINTENSITÄT

Betrachten wir das Ausheilverhalten der antisymmetrischen Streuintensität in Abb.36 , so fällt die qualitative Übereinstimmung mit dem Ausheilverhalten der angularen Huangstreuung auf. Die angularer Huangstreuung ist ein Maß für die Anisotropie der Defekte, so daß wir schließen können: Die Anisotropie eines Defekts beeinflusst in hohem Maß die Intensität der antisymmetrischen Streuung.

Analytische Ausdrücke (Gleichung (45)) für einen isotropen Defekt im isotropen Medium müssen zwangsläufig zu quantitativ falschen Ergebnissen führen.

Tab.27 zeigt die mit unseren Defektparametern berechneten Werte und die zugehörigen Meßergebnisse:

Proben	$I_{\text{anti } q} \text{ [1/\AA]}$				
	berechnet				gemessen
	ZGA	LS	B	tot.	tot.
LB-D092	+25	-8		+17	+10 ₊₂
LB-D253	+62	-12		+50	+20
(HB-LB)	-3.7	-1.7	-0.9	-6	-7
-D253					
(HB-LB)-			-0.9	-1	-2
unbestrahlt.					

Tab.27 : Vergleich der gemessenen und berechneten antisymmetrischen Streuintensität

Bei den Berechnungen haben wir nur den Verzerrungsanteil berücksichtigt, da der Laue-Anteil nur etwa 1% beträgt.

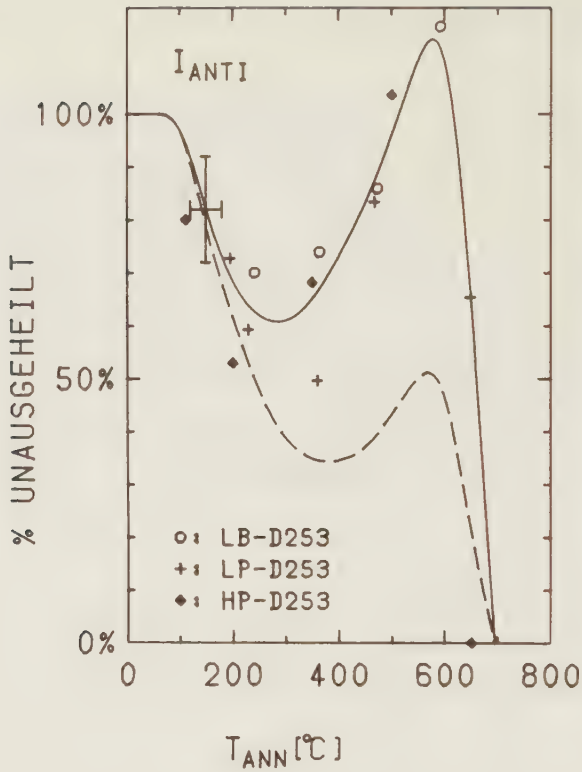


Abb.36 : Ausheilverhalten des antisymmetrischen Anteils der diffusen Streuintensität I_{anti} für die Dosisreihe D253

—— Verhalten von I_{anti}
- - - Verhalten der angularen Huangstreuung
(Abb.21)

Um den Unterschied in der antisymmetrischen Streuung zwischen dotiert und undotiert für neutronenbestrahlte Proben zu berechnen, sind wir nach dem Modell von Abschnitt 6.4. vorgegangen.

Wir sehen, daß die berechneten und gemessenen Werte für I_{anti} größenordnungsmäßig übereinstimmen. Die gemessenen Werte liegen niedriger als die berechneten, was wir darauf zurückführen können, daß wir den Betrag des LS-Anteils unterschätzen. Die LS-Defekte besitzen hohe Scheranteile (Tab.23), so daß wir auch große Abweichungen von den berechneten Werten erwarten.

12. DISKUSSION

Wir haben erstmals den Volumenmisfit des mittleren ZGA und der mittleren LS bestimmt. Falls die Verschiebungsfelder von ZGA- und LS-Agglomeraten linear aus den Verschiebungsfeldern der Einzeldefekte hervorgehen (Superpositionsprinzip), erhalten wir direkt den Volumenmisfit von Einzel-Leerstelle und Einzel-Zwischengitteratom. Falls das Superpositionsprinzip verletzt ist (wofür es Hinweise aus EPR-Messungen gibt), sind unsere Werte als Mittelwerte zu verstehen. Wir bilden für jede Agglomerat-Größe den Volumenmisfit pro Defekt und mitteln über die jeweilige Verteilung der Agglomerate entsprechend Gleichung (54).

Wir glauben, daß der Misfit pro Einzeldefekt von der Agglomerat-Größe wenig abhängt, da wir über den ganzen gemessenen Dosisbereich konsistente Defektparameter erhalten, und $\Delta a/a$ als kleine Differenz großer Beträge besonders empfindlich wäre auf eine Änderung des Misfits pro Defekt. Die Scherkomponenten des Misfittensors pro Defekt hängen dagegen stark von der Agglomeration ab, so daß sich die mittlere Defektgestalt während der Ausheil- und Agglomerationsprozesse mehrfach ändert.

Zusätzlich stellt sich die Frage, wie weit der Misfit vom Ladungszustand der Defekte abhängt (die Doppelleerstelle besitzt vier mögliche Ladungszustände). Unsere Messungen beziehen sich auf den Zustand, der nach Neutronenbestrahlung mit hohen Dosen vorliegt: Das Ferminiveau ist auf Bandmitte fixiert. Da für Leerstellen-Agglomerate mit $z_v > 2$ und für Zwischengitteratom-Agglomerate keine Niveau-Schemata vorliegen, können wir über den Ladungszustand nur Vermutungen anstellen. Wir glauben, daß wir den Misfit der neutralen Defekte sehen.

Die Unsicherheit von $\pm 30\%$ bei der Bestimmung der Absolutwerte des Misfits rührt daher, daß ZGA und LS in Agglomeraten vorliegen, deren Größe wir nur abschätzen können. Die Erzeugung von Einzel-Zwischengitteratomen durch Elektronenbestrahlung bei tiefen Temperaturen scheitert an der hohen Beweglichkeit des ZGA. Nennenswerte Defektkonzentrationen im Promille-Bereich erhalten wir nur durch den Einfang von ZGA und LS an Fremdatomen. Dieser Einfang wird bei höheren Temperaturen begünstigt, so daß die Defektproduktionsraten für Elektronenbestrahlung bei 300 K höher sind als bei 4 K.

Bei Neutronenbestrahlung werden die Defekte auf Grund der hohen lokalen Defektdichte durch Agglomeration stabilisiert. Bei 300 K entstehen in der Einzelkaskade Doppelleerstellen und ZGA-Agglomerate mit $2 \leq z_I \leq 6$, bei Tieftemperaturbestrahlung auch Einzelleerstellen. Bei Überlapp der Kaskaden entstehen größere Agglomerate, Vierer-Leerstellen bei den LS-Defekten und stetig wachsendes z_I bei den ZGA-Defekten. Offensichtlich können die LS bis zur Einstellung eines stabilen Zustands weniger weit wandern als die ZGA, so daß die LS-Agglomerate kleiner bleiben.

Ab einer Dosis $D = 5 \cdot 10^{18} \text{ n/cm}^2$ nimmt die Defektproduktionsrate ab. Gleichzeitig erreicht die Konzentration der ZGA-Agglomerate einen Sättigungswert $c_{Cl} = 2 \cdot 10^{-4}$. Bei weiterer Bestrahlung rekombinieren alle neu erzeugten ZGA, die nicht von einem bereits vorhandenen ZGA-Agglomerat eingefangen werden.

Die Ausheilung erfolgt in zwei Stufen bei 200°C und 600°C . In der 200°C -Stufe werden die Doppelleerstellen beweglich. In der Einzelkaskade rekombinieren 80% der Doppelleerstellen an ZGA-Agglomeraten, die restlichen 20% agglomerieren zu Vierer- bzw. Fünfer-Leerstellen (Dannefaer et al, 1976). Bei höheren Bestrahlungsdosen steigt der Anteil der Vierer-Leerstellen an den LS-Defekten, so daß die Wanderung und Rekombination der Doppelleerstellen einen immer kleiner werdenden

Anteil an der Ausheilung der gesamten Defektkonzentration darstellt. Die prozentuale Ausheilung in der 200°C-Stufe nimmt mit wachsender Dosis ab.

Die 600°C-Stufe ist durch bewegliche ZGA gekennzeichnet. Die ZGA, die ja schon bei tiefen Temperaturen beweglich sind, waren bei Bestrahlung durch Agglomeration unbeweglich geworden. In der 600°C-Stufe dissoziieren diese Agglomerate thermisch, ZGA dampfen ab. Ein Teil rekombiniert an LS-Defekten, ein anderer Teil wird von ZGA-Agglomeraten eingefangen und vergrößert diese. Da die Stabilität der Agglomerate mit ihrer Größe zunimmt, wird die endgültige Ausheilung durch das Anwachsen eines Teiles der Agglomerate bis ca. 700°C hinausgezögert.

Mit Bor-dotierten Proben haben wir nachgewiesen, daß das Bor den aufweitenden Defekt einfängt. Bor ist ein ZGA-Einfangszentrum, somit wird das ZGA als aufweitender Defekt bestätigt. Bei Elektronenbestrahlung von Bor-dotierten Proben entsteht interstitielles Bor und die entsprechende Anzahl von Doppelleerstellen. Bei Neutronenbestrahlung werden durch das entstehende interstitielle Bor ebenfalls zusätzliche Leerstellen stabilisiert. Gleichzeitig beeinflußt das Bor die Nukleation der ZGA-Agglomerate, so daß die gleiche Zahl von ZGA auf mehr Agglomerate kleinerer Größe (94%) verteilt ist. Die Defektausheilung in der 600°C-Stufe wird durch das Bor beschleunigt. Eventuell wirkt Bor als Rekombinationszentrum, das in diesem Temperaturbereich sowohl ZGA als auch LS einfängt.

Will man die Genauigkeit der Messungen weiter steigern, so verdienen folgende Punkte besondere Beachtung:

- a) stabile Intensität des Primärstrahls über einen Zeitraum von Wochen,
- b) Justierung der Probe um horizontale Kippachse im/mit Kryostat im Bereich von Winkelsekunden,
- c) "in situ"-Temperung der Probe im Kryostat um einen Ein- und Ausbau zwischen den Messungen zu vermeiden,
- d) Bestrahlung aller Proben während eines einzigen Bestrahlungszyklus in identischer Position.

Damit könnte man den Statischen Debye-Waller-Faktor bestimmen, der eine Abschwächung der XDS bis zu 10% hervorruft. Weiterhin könnte man näher an den Reflex heranmessen, und so bei kleinen Bestrahlungsdosen die Defektkorrelationen durch Kaskaden untersuchen. Bei hohen Bestrahlungsdosen könnte man die Stokes-Wilson-Streuung genauer auf den LS-Anteil untersuchen.

Eine verfeinerte Experimentiertechnik wäre zu ergänzen durch numerische Berechnung der Stokes-Wilson-Streuintensität und der antisymmetrischen Streuintensität für anisotrope Defekte.

Um die Abhängigkeit des Misfits vom Ladungszustand zu untersuchen, könnte man die Längenänderung von Bor-dotiertem Silizium bei tiefen Temperaturen messen. Die Ladungsträger frieren dann aus, und das Boratom geht in den neutralen Ladungszustand über.

LITERATURVERZEICHNIS

- Baldwin TO, Thomas JE and Haldeman JK,
J.Appl.Phys. 50, 3748 (1979)
- Bean AR, Morrison SR, Newman RC and Smith RS,
J.Phys.C 5, 379 (1972)
- Böning K, Mauer W, Pfändner K and Rosner P,
Rad.Effects 29, 177 (1976)
- Bolotov VV, Vasilev AV and Smirnov LS,
Conf.Series No.31, Inst.of Physics, London (1977)
- Bond WL, Acta Cryst. 13, 814 (1960)
- Brower KL, Phys.Rev. B 14, 872 (1976)
- Bublik VT, Gorelik SS and Dubrovina AN,
Sov.Phys.Sol.State 10, 2247 (1969)
- Chelyadinskiĭ AR, Sov.Phys.Sol.State 18, 506 (1976)
- Cheng LJ and Lori J, Phys.Rev. 171, 856 (1968)
- Corbett JW and Bourgoin JC,
Point Defects in Solids II, Plenum Press, New York (1975)
- Daly DF and Noffke HE,
Rad.Effects 8, 203 (1971)
- Dannefaer S, Dean GW, Kerr DP and Hogg BG,
Phys.Rev. B 14, 2709 (1976)
- Dexter DL,
Sol.State Physics No.6, Academic Press, New York (1958)
- Dolgolenko AP and Fistul II,
Phys.Stat.Sol.(A) 50, 751 (1978)
- Frank W, Rad.Effects 21, 119 (1974)
- Frank W,
Conf.Series No.23, Inst.of Physics, London (1975)
- Fischer K und Hahn H,
Zeitschr.f.Physik 172, 172 (1963).
- Gauster WB and Habing DH,
Phys.Rev.Lett. 18, 1058 (1967)

Grasse D, Dissertation, LMU München (1980)

Gwozdz PS and Koehler JS,
Phys.Rev. B 6, 4571 (1972)

Horn FH, Phys.Rev. 97, 1521 (1955)

International Tables for X-Ray Crystallography, Vol.III,
Kynoch Press, Birmingham (1968)

Kanzaki H, Phys.Chem.Solids 2, 24 (1957)

Lee YH and Corbett JW,
Phys.Rev. B 9, 4351 (1974)

Lee YH, Brosius PR and Corbett JW,
Rad.Effects 22, 169 (1974)

Leibfried G and Breuer N,
Springer Tracts in Modern Physics No.81,
Springer Verlag, Berlin (1978)

Lohstöter H, Spalt H and Peisl H,
Phys.Rev.Lett. 29, 224 (1972)

Larkins FP and Stoneham AM,
J.Phys.C 4, 154 (1971)

Massarani B and Brelot A,
Conf.Series No.16, Inst.of Physics, London (1973)

McKeighen RE and Koehler JS,
Phys.Rev. B 4, 462 (1971)

Moyer NE and Buschert RC,
Rad.Effects in Semicond., Plenum Press, New York (1968)

Mordkovich VN, Solovev SP, Temper EM and Kharchenko VA,
Sov.Phys.Semicond. 8, 666 (1974)

Newman RC and Totterdell DHJ,
J.Phys.C 8, 3944 (1975)

Seshan K and Washburn J,
Rad.Effects 37, 147 (1978)

Sparks CJ and Borie B,
Metallurg.Soc.Conf. 36, Gordon and Breach, New York (1966)

Stein HJ, Phys.Rev. 163, 801 (1967)

Swanson ML, Parsons JR and Hoelke CW,
Rad.Effects 9, 249 (1971)

Trinkaus H, Z.Angew.Physik 31, 229 (1971)

Trinkaus H, Phys.Stat.Sol.(b) 54, 209 (1972)

Van Lint VAJ and Leadon RE,
Conf.Series No.23, Inst.Of Physics, London (1975)

Weigel C, Peak D, Corbett JW, Watkins GD and Messmer RP,
Phys.Rev. B 8, 2906 (1973)

Wolf HF,
Silicon Semicond.Data, Pergamon Press, Oxford (1969)

Yoshida M, J.Phys.Soc.Japan 16, 44 (1961)



ANHANG A: VERWENDETE SYMBOLE UND ZAHLENWERTE

a	Gitterkonstante	
V	Gesamtvolumen des Kristalls	
Ω	Volumen pro Atom, Atomvolumen	
	Volumen der primitiven Zelle	
V_C	Volumen der kubischen Zelle	
k_O	Wellenzahlvektor der Primärstrahlung	$k_O = 2\pi/\lambda$
$\underline{K}$	Streuvektor	
$\underline{G}$	reziproker Gittervektor	
$\underline{g}$	reduzierter Zonenvektor	
N	Anzahl der Atome im Kristall	
c	Anzahl der Defekte pro Atom	
f	Atomformfaktor	
F	Strukturamplitude	
c_{ij}	elastische Konstanten	
c_{ijkl}	Tensor 4. Stufe der elastischen Konstanten	

Verwendete Materialkonstanten (Wolf, 1969; International Tables of X-Ray Crystallography, 1968)

a	=	5.431 Å
ρ_{at}	=	5.0 10^{22} /cm ³
c_{11}	=	1.674 10^{11} N/m ² = 1.674 10^{12} dyn/cm ²
c_{12}	=	0.652 10^{11} N/m ²
c_{44}	=	0.796 10^{11} N/m ² = 0.497 eV/Å ³
Die Werte gelten für T = 300 K, die Änderung mit der Temperatur wurde vernachlässigt.		
$ F ^2$	=	2.29 10^3 (Dispersionskorrekturen und thermischer Debye-Waller-Faktor sind berücksichtigt, (440)-Reflex)
k_O	=	4.0786 1/Å (Cu-K _{α1} -Linie)
G	=	6.545 1/Å (440)-Reflex

ANHANG B: EINFLUSS DES STATISCHEN DEBYE-WALLER-FAKTORS

Bauen wir Punktdefekte in ein Kristallgitter ein, so erhalten wir eine Abschwächung der Braggreflexe und der Huangstreuungintensität um den Faktor $\exp(-2L)$, wobei L der statische Debye-Waller-Faktor (DWF) ist. Wir schätzen nun diesen Effekt mit den Werten ab, die wir für die Defektparameter erhalten haben. Für den statischen DWF gilt für starke Verschiebungen $Ku \geq 0.6$ die Gleichung (44). Für $Q = 11 \text{ \AA}^3$ erhalten wir mit den Werten von Tab.19 im Rahmen der elastischen Kontinuumstheorie für die Verschiebungen der nächsten Nachbarn $Ku = 0.9$ am (440)-Reflex, also sollte die Näherung für starke Verzerrungen gelten. Für die Dämpfung $\exp(-2L)$ am (440)-Reflex erhalten wir dann für die verschiedenen Bestrahlungsdosen die Werte von Tab.28 :

Dosis	$\exp(-2L)$		Verschiebung d. 400°C-Plateaus
	asir	400°C	
B025	0.98	1.00	-1%
D092	0.94	0.98	-2%
E190	0.92	0.97	-3%
D253	0.91	0.97	-4%

Tab.28 : Berechnete Werte für den statischen DWF für die Proben nach Bestrahlung und nach Tempern bei 400°C

Wir sehen, daß bei hohen Dosen auf Grund der hohen Defektkonzentration und des hohen Clusterungsgrades die Dämpfung der Huangstreuung bis auf 9% anwachsen kann.

Wenn wir den statischen DWF berücksichtigen, werden unsere gemessenen Streuintensitäten um 1 bis 9% angehoben. Dies würde in der Auswertung zu einem Anheben der Defektkonzentration um ca. 6% führen und zu kleinen Korrekturen (ca. 3%) am Clusterungsgrad. Da unsere absolute Meßgenauigkeit bei 15% liegt, glauben wir, für diese Arbeit den statischen DWF mit Recht vernachlässigen zu können.

Der Effekt auf die relative Höhe des 400°C-Plateaus ist gegenläufig zu dem Effekt, den wir erhalten, wenn wir $c \propto I_{\text{rad}}^H$ setzen und den Beitrag der Scheranteile vernachlässigen (+2%).

ANHANG C: G-ABHÄNGIGKEIT VON q_0^+

Wir bestimmen den Clusterradius $1/q_0^+$ aus dem Intensitätsabfall der XDS bei großen Werten von q . Um sicher zu gehen, daß dieser Intensitätsabfall vom Übergang der Huang- zur Stokes-Wilson-Streuung herrührt und nicht von Defektkorrelationen, haben wir anhand der Probe HP-D253 die G-Abhängigkeit von q_0^+ untersucht.

Verursachen Defektkorrelationen den Intensitätsabfall (Gleichung (29) und Abb.5), so ist q_0^+ von G unabhängig, und $R_c := 1/q_0^+$ gibt den Radius der Defektverteilung wieder. Stammt der Intensitätsabfall vom Übergang zur Stokes-Wilson-Streuung, so gibt $R_0 := 1/q_0^+$ den Radius der stark verzerrten Gebiete mit $Ku > 1$ an, bzw. den Radius, bei dem $u(r)$ auf $u(r) = 1/G$ abgesunken ist. Solange gilt: $u(r) \propto 1/r^2$, gilt auch:

$$q_0^{+2} \propto 1/G$$

Wir sehen die gemessene G-Abhängigkeit von q_0^+ in Abb.37 und Tab.29 :

Reflex	Strahlung	G [1/Å]	q_0^+ [1/Å]
(440)	Cu	6.544	.145
(660)	Mo	9.817	.121
(880)	Mo	13.089	.108
(10.10.0)	Mo	16.361	.096

Tab.29 : Abhängigkeit des reziproken Clusterradius q_0^+ vom Meßreflex G

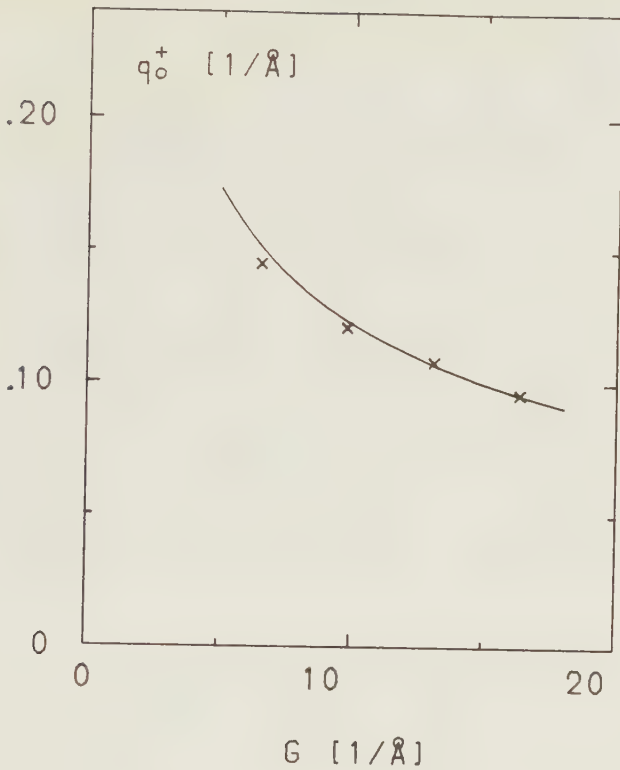


Abb.37 : Abhängigkeit des reziproken Cluster-radius q_0^+ vom Streuvektor $K \propto G$

Wir sehen, daß q_0^+ der $G^{-1/2}$ -Abhängigkeit folgt, q_0^+ also den Übergang zur Stokes-Wilson-Streuung angibt. Wir können die XDS im Bereich $q > q_0^+$ nach Gleichung (39) auswerten entsprechend dem Stokes-Wilson-Formalismus.

ANHANG D: MESSUNG DER IR-ABSORPTION

Um Anhaltspunkte über die Defektkonzentration zu gewinnen, haben wir die IR-Absorption im Bereich von $1\text{ }\mu\text{m}$ bis $2.4\text{ }\mu\text{m}$ gemessen. Die Absorptionslinie der Doppelleerstelle liegt bei $1.8\text{ }\mu\text{m}$ und ist der Absorption durch die Bandkante überlagert. Wir haben den Verlauf der Bandkantenabsorption nach Bestrahlung extrapoliert und eine zu $\hbar\omega$ symmetrische Absorptionslinie der Doppelleerstelle erhalten mit einer Halbwertsbreite $\Delta\hbar\omega = 0.144\text{ eV}$.

Für die Absorption erhielten wir die Daten von Abb.38 für die Proben LB-CO88 und HB-CO88. Über die Smakula-Formel können wir uns die Defektkonzentration berechnen (z.B. Dexter, 1958), wenn wir die Oszillatorstärke des Defekts kennen. Für eine Gauß-Form der Absorptionslinie, eine effektive Dielektrizitätskonstante $\epsilon_{\text{eff}} = \epsilon_0$ und eine Oszillatorstärke $f_{\text{Osz}} = 0.05$ (Cheng und Lori, 1968) erhalten wir für die Konzentration der Doppelleerstellen:

	unsere Messungen		Newman und Totterdell
	LB	HB	
$\alpha\Delta\hbar\omega$ [eV/cm]	8.55	12.3	
c	$1.2 \cdot 10^{-4}$	$1.7 \cdot 10^{-4}$	$3.2 \cdot 10^{-4}$

Tab.30 : IR-Absorption und Konzentration der Doppelleerstellen (verglichen mit Newman und Totterdell, 1975) für die Dosis CO88

Wegen der hohen Absorption sind unsere Absolutwerte nur bis auf den Faktor 2 mit den Werten von Newman und Totterdell (1975) vergleichbar. Wir beschränken uns daher bei der Auswertung auf die erhöhte Doppelleerstellen-Produktion in der HB-Probe. Wir erhalten $\Delta c_V = 3 \cdot 10^{-4} \approx c_B$.

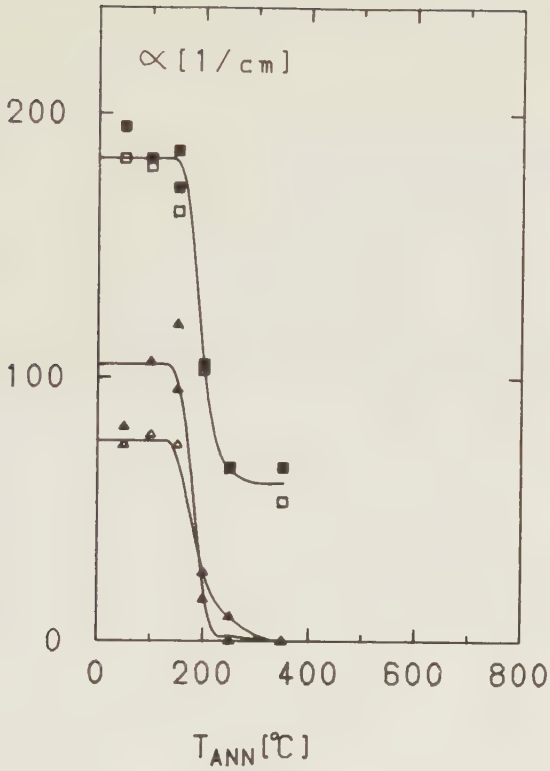


Abb.38 : IR-Absorption nach Neutronenbestrahlung bei $1.8 \mu\text{m}$ für die Dosisreihe C088

- $\triangle$ Doppelleerstellen-Absorption der LB-Probe
- $\blacktriangle$ Doppelleerstellen-Absorption der HB-Probe
- $\square$ near-band-edge Absorption der LB-Probe
- $\blacksquare$ near-band-edge Absorption der HB-Probe

Die Messung unterstützt die Vermutung, daß in der HB-Probe bei Neutronenbestrahlung zusätzliche Leerstellen stabilisiert werden (Abschnitt 6.4.).

Die near-band-edge Absorption ist von der Dotierung nicht erkennbar beeinflußt. Dies ist verständlich, wenn diese Absorption von Gitterverzerrungen hervorgerufen wird. Diese sind dominiert von ZGA-Agglomeraten, und die ZGA-Konzentration ist in beiden Proben etwa gleich groß. Die Ausheilung der near-band-edge Absorption beträgt bis 400°C ca. 67%, während die radiale Huangstreuung bei diesen Proben nur um 50% zurückgeht. Das heißt, der Clusterungsgrad der Defekte geht in unterschiedlicher Weise in Huangstreuung und near-band-edge Absorption ein.

DANKSAGUNG

Ich danke:

Herrn Prof.J.Peisl für die Förderung dieser Arbeit,
Herrn Dr.D.Grasse für Technik und Knowhow,
Herrn W.Fenzl für viele klärende Diskussionen,

Herrn H.Herzer von der Fa. Wacker-Chemitronic
für das Silizium-Ausgangsmaterial,

Herrn B.Hietel von der GSF und seinen Mitarbeitern
für die Elektronenbestrahlung,

Herrn T.Mladenovic von der Fa. Siemens
für die Analyse des Ausgangsmaterials,

Herrn G.Maier und Herrn U.Nagel vom Institut E13 der TUM
für die Durchführung der IR-Messungen,

meiner Frau Monika und meinen Kindern
für die aufgebrachte Geduld,

den Mitarbeitern der Bestrahlungsgruppe des FRM,

den Mitarbeitern des Kristall-Labors der TUM,

den Mitarbeitern der Werkstatt

und allen anderen, die zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben.

Diese Arbeit wurde vom Bundesministerium für Forschung und Technologie unterstützt.

Werner Konrad Mayer
Tegernseer Landstr. 187 A
8000 München 90

LEBENS LAUF

Name: Werner Konrad Mayer
Geboren: 17.07.1949 in Prien/Chiemsee
Nationalität: deutsch
Familienstand: verheiratet, zwei Kinder

Ausbildung: 1955 - 1959 Volksschule München-Forstenried
1959 - 1968 Klenze-Gymnasium München
22.7.1968 Abschluß mit Abitur
1968 - 1974 Physik-Studium an der TU München
29.7.1974 Abschluß als Diplom-Physiker

Wehrdienst: 1974 - 1975

Laufbahn: 1976 - 1980 wiss. Angestellter am Lehrstuhl
für Experimentalphysik der Universität
München bei Prof.J.Peisl.
Forschungstätigkeit auf dem Gebiet der
Festkörperphysik: Röntgenuntersuchungen
an neutronenbestrahltem Silizium.

